Aus der Poliklinik und Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der Westdeutschen Kieferklinik der Universität Düsseldorf
Abteilung für zahnärztliche Prothetik und Defektprothetik

Direktor: Prof. Dr. Franz Schübel

Beitrag zur metallographischen und mechanischtechnologischen Untersuchung von Dental-Amalgamen

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin

Der Medizinischen Fakultät der Universität Düsseldorf

1981

vorgelegt von

Ingrid Koenigsmann

1980

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41536504_0015

Aus der Poliklinik und Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der Westdeutschen Kieferklinik der Universität Düsseldorf
Abteilung für zahnärztliche Prothetik und Defektprothetik

Direktor: Prof. Dr. Franz Schübel

Beitrag zur metallographischen und mechanisch-technologischen Untersuchung von Dental-Amalgamen

D i s s e r t a t i o n

zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin

Der Medizinischen Fakultät der Universität Düsseldorf

vorgelegt von

Ingrid Koenigsmann

1980

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität Düsseldorf

Der Dekan
der Medizinischen Fakultät
der Universität Düsseldorf

gez.: Prof. Dr. Straßburg

Referent

gez.: Prof. Dr. Rehberg

Korreferent

gez.: Prof. Dr. Böttger

D I S P O S I T I O N

1. Einleitung und Aufgabenstellung
2. Literaturübersicht
2.1. Grundlagen der Amalgamherstellung
2.2. Festigkeitseigenschaften
2.3. Metallographische Untersuchungsmethoden

3. Versuchsprogramm

4. Untersuchungsmaterial
4.1. Morphologie und chemische Zusammensetzung typischer Legierungspulver
4.2. Probenherstellung
4.3. Chemische Zusammensetzung und Härte der Proben

5. Untersuchungsergebnisse
5.1. Metallographische Grundsatzuntersuchungen
5.1.1. Probenpräparation
5.1.2. Gefügeentwicklung und Phasenidentifikation
5.1.2.1. Lichtmikroskopie
5.2.2.1.1. Phasenkontrast polierter Proben
5.1.2.1.2. Phasenkontrast chemisch geätzter Proben
5.1.2.1.3. Phasenkontrast mittels Interferenzschichten-Metallographie
5.1.2.2. Raster-Elektronen-Mikroskopie
5.1.2.3. Phasenkontrast und -Identifikation mittels Elektronenstrahl-Mikroanalysator
5.2. Einfluß der Herstellungsbedingungen auf die Härte und Gefügeausbildung verschiedener Amalgame
5.2.1. Abhängigkeit der Amalgamhärte vom primären und effektiven Quecksilbergehalt unter Berücksichtigung des Stopfdrucks und der Anmischzeit

5.2.2. Darstellung der Gefügeausbildung verschiedener Amalgame
5.2.2.1. Katalloy R)
5.2.2.2. Standalloy R)
5.2.2.3. Lumicon R)
5.2.2.4. Dentalloy R)
5.2.2.5. Revalloy R)
5.2.2.6. Standalloy R) F
5.2.2.7. Dispersalloy R)
5.2.2.8. Luxalloy R)
5.2.2.9. Tytin R)
5.3. Phasenmorphologie und Reaktionsmechanismen
5.3.1. Konventionelle Amalgame
5.3.2. Kupferreiche Amalgame
5.3.2.1. Dispersionsamalgame
5.3.2.2. Amalgame aus ternären Legierungspulvern

6. Erörterung

7. Folgerungen für die Praxis

8. Zusammenfassung

9. Literaturverzeichnis

10. Anhang

1. Einleitung und Aufgabenstellung

Dentalamalgame werden durch Mischen pulverförmiger Silber-Zinn- oder Silber-Zinn-Kupferlegierungen mit Quecksilber hergestellt. Das wesentlichste Ziel der Amalgamforschung ist es, verschiedene Materialeigenschaften wie Härte, Festigkeit, Dimensionsstabilität, Korrosionsbeständigkeit u. a. der Amalgame zu untersuchen, und an Hand der klinischen Anforderungen Wege aufzuzeigen, die zu einer Optimierung dieser Eigenschaften führen.

Die Summe der Werkstoffeigenschaften eines abgebundenen Amalgams wird durch die Metallurgie der Amalgamherstellung im weitesten Sinne als auch der des Vormaterials - Amalgampulver - bestimmt.

Die Metallurgie der Amalgamherstellung umfaßt die Bereiche der chemischen Gleichgewichte, die Kinetik der Bildung der Reaktionsphasen sowie die Phasenmorphologie.

Alle diese Bereiche stehen im engen Zusammenhang und beeinflussen letztlich die Werkstoffeigenschaften der abgebundenen Amalgamfüllung bzw. deren Funktionsfähigkeit.

Eines der wichtigsten Instrumente zur werkstoffkundlichen Untersuchung ist die Metallographie. Erst die Kenntnis der Gefügestruktur läßt in den meisten Fällen eine sinnvolle, über das empirische Stadium hinausgehende Erklärung bestimmter physikalischer oder chemischer Meßgrößen oder Phänomene zu.

Eine der wesentlichsten Forderungen an eine Amalgamfüllung ist eine möglichst große Festigkeit bzw. Härte, die bekanntermaßen von vielen Variablen wie Amalgampulver, Mischungsverhältnis, Anmischzeit, Stopfdruck und möglicherweise Lagerungszeit abhängt. Es ist nun das Ziel dieser Arbeit, den Einfluß einiger dieser Parameter durch die Gefügemorphologie der abgebundenen Amalgame zu erklären.

Erschwert ist diese Aufgabe durch die Kenntnis, daß die üblichen metallographischen Methoden nicht ausreichen, um die einzelnen Phasen einwandfrei zu beschreiben. Eine Voraussetzung zur ausreichenden Beschreibung der Gefügemorphologie der Dentalamalgame ist daher die Verwendung moderner Methoden der Werkstoffwissenschaften, wie Interferenzschichten-Metallographie, Elektronenrastermikroskopie und Elektronenstrahlmikroanalyse.

2. Literaturübersicht

Allgemein gehaltene Zusammenfassungen über die Vielzahl der Ergebnisse der Amalgamforschung sind in den letzten Jahren von Riethe [20] und Jörgensen [14] publiziert worden.

2. 1. Grundlagen der Amalgamherstellung

Die Vielzahl der z. Z. angebotenen Amalgampulver läßt sich zunächst ohne Beachtung der jeweils etwas unterschiedlichen Zusammensetzung und Korngröße und -formen signifikant in zwei Klassen einteilen [14]:

a) Amalgampulver mit Cu-Gehalten $\leq$ 6 % Cu (konv. Alloy)
b) Amalgampulver mit Cu-Gehalten ca. 12 % Cu (kupferreiches Alloy).

Die in den letzten Jahren eingeführten kupferreichen Amalgame zeichnen sich generell durch eine höhere Korrosionsbeständigkeit, niedrigen Creep-Wert und durch eine höhere Härte gegenüber den aus konventionellem Amalgampulver hergestellten Füllungen aus [7] [8].

Die Ursache für die unterschiedlichen Materialeigenschaften sind letztlich in den verschiedenen Reaktionsabläufen beim Abbinden des Amalgams und der daraus resultierenden Phasenmorphologie zu sehen.

Konventionelle Amalgampulver - zumeist in Spanform - entsprechen ihrer Zusammensetzung nach etwa der γ-Phase im Ag-Sn-Zustandsdiagramm [14]. Das diesen Legierungen beigefügte Kupfer ist teilweise in der γ-Phase gelöst und teilweise als intermetallische Verbindung als Cu_3Sn (ϵ_1-Phase) und Cu_6Sn_5 (η'-Phase) und an Zn gebunden [14]. Der Kupfergehalt der konventionellen Amalgampulver hat primär die Aufgabe, die Festigkeit des Amalgams zu erhöhen [14]. In jüngster Zeit wurde auch von einem konventionellen Legierungspulver berichtet, bei dem ein Teil des Pulvers mit einer dünnen Kupferschicht überzogen und hierdurch die korrosionsfördernde Bildung von γ_2-Partikeln bei der Amalgamierung unterdrückt wird[21].

Kupferreiche Amalgampulver werden entweder durch Zusammenmischen mit konventionellem Pulver (etwa 2/3 der Mischung) [19] mit dem kugelförmigen Pulver einer Ag-Cu-Legierung zumeist mit 28 % Cu (Eutektikum), Zusammensetzung ungefähr 70 % Ag, etwa 18 % Sn und 12 % Cu [14], oder durch Sphäroidierung ternärer Legierungen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen[19] hergestellt.

Die je nach Hersteller noch möglichen Zusatzelemente wie Zink und Quecksilber sind bezüglich des Zinks aus metallurgischen Gründen - Vermeidung der Kupferoxidation[14] - und bezüglich des Quecksilber - oberflächliche Beschichtung der Partikel - zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit [20] enthalten.

Nach der Reaktion des konventionellen Pulvers mit Quecksilber liegen im Gleichgewicht die Phasen $\gamma(Ag_3Sn)$, γ_1 (Ag_3Hg_4), γ_2 (Sn_7Hg)[5] bzw. (Sn_8Hg)[14] und bei kupferhaltigen Legierungen zusätzlich die Phasen ϵ_1 (Cu_3Sn) [5] bzw. η' (Cu_6Sn_5)[14] vor.

Charakteristisch für die kupferreichen Legierungen ist neben der gegenüber konventionellem Alloy veränderten Gefügemorphologie, daß sich keine oder praktisch keine γ_2-Phase ausbildet [14].

Hierauf beruht die gute Korrosionsbeständigkeit dieser Amalgame [14]. Metallographisch sind bei konventionellen Amalgamen die γ-Körner mit zwei Reaktionsphasen γ_1 und γ_2 umgeben. Die γ_1-Phase ist eine intermetallische Verbindung mit der Näherungszusammensetzung Ag_3Hg_4 mit einer defekt kubisch-raumzentrierten Struktur und bildet feinkörnige Aggregate mit Korngrößen im Bereich $\simeq 2$ µm. Die γ_2-Phase bildet relativ große Körner, die bisweilen die Form von Dendriten aufweist. Die γ_2-Phase ist ein Mischkristall, der etwa der Zusammensetzung Sn_8Hg bzw. Sn_7Hg [5) 14)] entspricht.

Kupferreiche Amalgame, die kugelförmige Partikel aus Ag-Cu-Eutektikum aufweisen, zeigen nach Dreyer-Jörgensen [14] um diese Partikel in der Regel eine Schale aus Reaktionsprodukten mit der Zusammensetzung 75 % Cu_6Sn_5 und 25 % γ_1. Andere Autoren geben nur einen Sn-Cu-Reaktionsring an [1]. Die Grundmatrix besteht aus der γ_1-Phase. Um die o. a. Schalen ist weiterhin häufig ein dunkler Belag aus Kupferoxid festzustellen. Gegenüber den konventionellen Amalgamen sind die kupferreichen durch eine relativ hohe Porosität charakterisiert [14].

Die Ursache für die unterschiedliche Porosität von Amalgamen ist herstellungsbedingt - niedriger Stopfdruck [6], geringe Anmischzeit [14]- sowie metallphysikalisch bzw. chemophysikalisch begründet. So ist es denkbar, daß die unterschiedlichen spezifischen

Volumina (Fest-Flüssig-Reaktion) der miteinander reagierenden Phasen und die neu entstehenden Phasen für die Porenbildung mitverantwortlich sind.

Als chemophysikalische Ursache für eine mögliche Porenbildung ist der Reaktionsmechanismus der Fest-Flüssig-Reaktion zu nennen. Überwiegt bei einer Reaktion eindeutig die Diffusion in die Teilchen hinein, so wird mit einer großen Porosität zu rechnen sein. Dieser Fall wurde von Aldinger u. a. [3] bei der Reaktion α- und β-Silber mit Quecksilber gefunden.

Eine vergleichbare Diffusion der festen und der flüssigen Komponente in der Reaktionsschicht führt zu einer völligen Änderung der Teilchengeometrie. Die Ausgangsteilchen werden abgebaut, und die Bildung der festen Phase erfolgt in der Umgebung der Teilchen. In diesem Fall soll nur eine geringe bzw. keine Porosität vorliegen [3]. Dieses Volumenverhalten ist bei der Reaktion von γ-Phase mit Quecksilber beobachtet worden [3]. Hier handelt es sich nicht um Diffusionsreaktionen, sondern zumindest hinsichtlich der γ_1-Phase um eine Kristallisation aus der flüssigen Phase [3] [23].

Bei der Reaktion dringt das Quecksilber über Diffusions- und Lösungsvorgänge entlang von Korngrenzen in die γ-Teilchen ein und löst so die γ-Körner entlang den Grenzflächen und -kanten auf [3] [23]. Als Reaktionsprodukte entstehen γ_1 und γ_2. Wegen der trägen Diffusion des Zinns entsteht die γ_2-Phase vorzugsweise im Innern der Teilchen [3] [23]. Bei der Eindiffusion des Hg in die γ-Teilchen kann es aber auch zu einer Ausscheidung des γ_2-Phase aus der übersättigten Schmelze

um die γ-Körner kommen [23) 3)].

Die Zusammensetzung und Phasenmorphologie der konventionellen Amalgame ist, wie oben gezeigt, bereits in mehreren Ansätzen untersucht worden. Entsprechendes gilt auch für die Kinetik der Reaktionen [26) 27) 28)].

Durch die historische Entwicklung bedingt, liegen für die neueren kupferreichen Amalgame noch keine Untersuchungen vor, die sich mit der Kinetik der Phasenbildung und Transportmechanismen befassen. Bei den kupferreichen Amalgamen sind zwei hauptsächliche Gruppen zu unterscheiden:

a) die Amalgame vom Dispersionstyp
b) die Amalgame aus ternären Ausgangslegierungen.

Während über die Phasenmorphologie der Amalgame aus ternären Ausgangslegierungen mit Ausnahme einiger Gefügeaufnahmen [1)] nur wenig bekannt ist, ist die Phasenmorphologie der Dispersionsamalgame schon intensiver untersucht worden [14)].

Neben dem γ_1-Mischkristall entsteht bei der Reaktion mit Quecksilber noch eine Cu-Sn-Verbindung. Die γ_2-Phase soll bei diesen Amalgamen nicht mehr auftreten. Die Reaktionsmechanismen zur Entstehung der γ_1-Phase bei den Dispersionsamalgamen entsprechen, durch die Zusammensetzung dieser Amalgame bedingt, im wesentlichen denen der konventionellen Amalgame. Unklar ist z. Z. noch, nach welchem Reaktionsmechanismus die Cu-Sn-Reaktionsschalen entstehen. Entgegen der bei den konventionellen Amalgamen anzutreffenden Auffassung [23)] über eine träge Diffusion des Zinns müssen bei den Dispersionsamalgamen aber große Mengen Zinn zu den Eutektikumspartikeln über Diffusionsvorgänge transportiert werden.

2. 2. Festigkeitseigenschaften

Die mechanischen Festigkeitseigenschaften von Dentalamalgamen sind in früherer Zeit umfangreich untersucht worden [6) 8) 14)]. Eine Zusammenfassung der bekannten Forschungsergebnisse wurde von Dreyer-Jörgensen [14)] durchgeführt. Im weiteren soll nur auf einige Gesichtspunkte eingegangen werden, die im direkten Zusammenhang mit der Zielsetzung der Arbeit stehen.

Eine der wichtigsten Eigenschaften von Dentalamalgamen ist eine ausreichende, möglichst früh nach Legung der Füllung vorliegende Druckfestigkeit, um den ständig wiederkehrenden Belastungen unterschiedlichster Art widerstehen zu können. Nach Jörgensen [14)] sollen Eigenschaften wie Härte, Druck-, Biege- und Zugfestigkeit in etwa den Verhältnissen 100 : 40 : 15 : 6 entsprechen.

Über die Wechselfestigkeit von Amalgamen (Kaubelastungen) sind keine gesicherten Angaben bekannt. Als Ursache ist hierfür die breite Streumöglichkeit der Ergebnisse bereits bei Reinmetallen zu nennen, die durch die verschiedenartigsten Spannungskonzentrations-Verhältnisse resultieren, die durch Poren, Form und Oberflächenzustand möglich sind [4) 13)].

Bei der Prüfung mechanischer Eigenschaften ist insbesondere dem Zeiteinfluß Beachtung zu schenken, da Dentalamalgame bedingt durch den niedrigen Schmelzpunkt [14)], der im wesentlichen vorliegenden γ_1-Phase bereits bei RT eine ausgeprägte Kriechneigung haben können. Merkliche zeitabhängige Kriechvorgänge treten bei Temperaturen ab $T \approx 0{,}4 \times T_s$ auf, wobei T_s die absolute Schmelztemperatur angibt [4)].

Neben der Kriechneigung sollte bei der Bewertung von Prüfergebnissen auch ein nicht auszuschließender Unterschied zwischen den Ergebnissen von Härteprüfungen und den übrigen Verfahren beachtet werden. Die Härteprüfung ergibt bei hinreichend kleiner Belastung, d. h. kleiner Prüffläche einen Wert für den Verformungswiderstand des Werkstoffs, ohne daß der Einfluß von Makroporen und Rissen innerhalb der Proben in das Versuchsergebnis eingehen sollte. Bei den übrigen integral über den Probenquerschnitt wirkenden Prüfverfahren gehen die o. a. Fehlstellen mit in das Ergebnis ein.

Da in dieser Arbeit ein Vergleich zwischen der Mikrostruktur verschiedener Amalgame einerseits und der mechanischen Festigkeit andererseits gezogen werden soll, wurde um den Einfluß von Makroporositäten weitgehend zu eleminieren, die belastungsunabhängige Vickershärte-Prüfung im Kleinlastbereich [10] zur Durchführung einer mechanischen Prüfung gewählt.

Neben der Porosität sind die Festigkeitseigenschaften von Dentalamalgamen noch durch die mechanischen Eigenschaften des Amalgamvormaterials und von Art, Menge und Zuordnung der Reaktionsphasen untereinander bestimmt. Die Festigkeit bzw. Härte des Vormaterials konventioneller Amalgame wird, wie Bild 1 zeigt [14], im wesentlichen durch den Cu-Gehalt bestimmt.

Die kupferreichen, γ_2-freien Amalgame bestehen entweder aus 2/3 konventionellem, d. h. γ-Pulver und 1/3 Ag-Cu-Eutektikum [19], oder aus einheitlichen ternären oder quartären Legierungen [1]. Die Härte des Ag-Cu-Eutektikums ist mit 60 Brinell [13]-Einheiten angegeben. Über die Härte von ternären bzw. quartären Legierungen mit hohem Kupfergehalt liegen keine genauen Angaben vor. Unter

Zugrundelegung der Angaben in Bild 1 [14] ist aber eine Härte von 200 Brinell-Einheiten und mehr realistisch. Für die Cu-Sn-Phasen (η' und ϵ_1) sind ähnliche Härtewerte anzunehmen.

Über die Härte der bei konventionellen Amalgamen auftretenden Reaktionsphasen ist bekannt, daß die Härte der γ_1-Phase $\approx$ 115 (Knoop-Härte) und die γ_2-Phase eine Härte von $\approx$ 15 (Knoop-Einheiten) im Vergleich zu γ mit $\approx$ 135 (Knoop-Einheiten) besitzt [14]. Die Dimension der Härteeinheiten nach Brinell, Vickers und Knoop ist einheitlich kp/mm^2. Während die Vickers- und Brinell-Härte unter bestimmten in der Literatur [10] angegebenen Bedingungen gleiche Härtewerte ergeben, zeigt der Vergleich der Härteangaben in Brinell-Einheiten [13] und Knoop-Einheiten [14], daß die Brinell-Härte mit der Knoop-Härte bei den jeweils gewählten Bedingungen über einen Faktor von ca. 0,5 miteinander verbunden ist - HB ca. 0,5 x HK -.

Die o. a. Härtemessungen mit einem Knoop-Härte-Meßgerät wurden an Amalgamen ohne Kupferzusätze durchgeführt [14) 25]. Mit zunehmendem Kupfergehalt steigt sowohl die Härte der γ- als auch der γ_1-Phase an (Bild 1 und 2) [14].

Der Einfluß des Kupfergehalts und der der Zusätze von Ag-Cu-Eutektikumspulver auf die Festigkeitseigenschaften abgebundener Amalgame geht aus den Bildern 2 und 3 hervor [14].

Die Bedeutung der Korngröße von Amalgampulver soll nach Dreyer-Jörgensen [14] über die Zwischenraumporosität mit den Festigkeitseigenschaften verbunden sein.

Größere γ-Teilchen im Amalgam ergeben eine höhere Zwischenraumporosität, damit einen höheren Hg-Gehalt und letztlich eine geringere Festigkeit als feinere Teilchen [14]. Bei einer längeren Anmischzeit sollen diese Unterschiede durch weitere Zerkleinerung wieder vermindert werden [14].

Alle Pulver sind normalerweise von einer Oxidhaut bedeckt. Bei der Amalgamierung wird die Haut teilweise abgestoßen, und die Oxide mischen sich im Amalgam [14]. Kupferreiche (> 4 %)-Legierungen und das Ag-Cu-Eutektikum bilden besonders leicht Oxide, die bei nicht optimalen Anmischbedingungen zu einer Verminderung der Festigkeitseigenschaften führen können [14].

Der Einfluß des primären Quecksilbergehalts der Legierungspulver und des sekundären, d. h. des tatsächlichen Quecksilbergehalts, der Porosität und des Stopfdrucks der Amalgame auf die Druckfestigkeit ist bereits häufiger untersucht worden [14] (Bilder 4 und 5).

Generell sollen geringe Stopfdrucke zu hohen Porositäten und damit zu geringen Druckfestigkeiten führen [6) 9)].

Bei Legierungs-Quecksilber-Verhältnissen von 4 : 3 sind auch bei hohem Stopfdruck (15 N/mm^2) bei Luxalloy- und Standalloy F-Amalgamen geringere Druckfestigkeiten gemessen worden als bei Proben mit hohem Leg.-Quecksilber-Verhältnissen, die ebenfalls auf die Porenhäufigkeit zurückgeführt werden [9]. Die o. a. Untersuchungen geben die integrale Festigkeit der Proben an. Die effektive Härte bzw. Festigkeit der Gefügestruktur ist durch derartige Prüfungen wahrscheinlich nicht erfaßt worden. Die Aussagekraft dieser Untersu-

chung ist nicht ganz eindeutig, da insbesondere die Porosität eine erhebliche Beeinflussung auf die Bruchfestigkeit besitzt. Zunehmende Porosität ist mit abnehmendem Quecksilber-Gehalt und mit der Folge einer abnehmenden Festigkeit verbunden (Bild 4) [14].

Kann die Porosität vernachlässigt werden, so ist eindeutig eine Verringerung der Festigkeit mit zunehmendem Quecksilber-Gehalt festzustellen (Bild 5).

Z. Z. wird die Erzielung einer hohen Härte - insbesondere Anfangshärte bzw. Druckfestigkeit - eines Amalgams als positive Eigenschaft angesehen [9]. Eine Erhöhung der Festigkeit (Zugfestigkeit, Biegebruchfestigkeit, Härte usw.) metallischer Werkstoffe kann auf verschiedene Weise erreicht werden [4) 13]. Für Dentalamalgame dürften die Härtungsmechanismen die wichtigsten sein, die als Legierungshärtung und Aushärtung durch Diffusionsreaktionen bezeichnet werden.

Eine Art der Legierungshärtung wird durch eingelagerte Fremdatome in die Kristalle der Matrix hervorgerufen. Der Grad der Verfestigung wird von der Atomgröße und Elektronenstruktur, von Grund- und Legierungselement bestimmt. Eine weitere Art der Legierungshärtung wird durch eine fein verteilte zweite harte Phase in der Matrix erreicht.

Bei der Aushärtung durch Diffusionsreaktionen tritt im Gegensatz zu den bisher erörterten Mechanismen eine Veränderung der Legierungszusammensetzung ein, wie sie z. B. bei der Amalgamierung gegeben ist. Es ist anzunehmen, daß eine ausgeprägte Aushärtung von Dentalamalgamen dann auftritt, wenn harte, fein verteilte Phasen, z. B. die

η'-Phase, in der Matrix aus γ_1-Phase entstehen.

Bei der Amalgamierung entstehen durch Fest-Flüssig-Reaktionen neue Phasen. Die Gesamthärte wird einerseits durch die Härte, Größe, Verteilung und Menge der einzelnen Phasen zueinander und andererseits durch den Zusammenhang der einzelnen Phasen untereinander bestimmt. Die Härte verwendeter Pulver ist durch eine entsprechende Legierungshärtung gegeben. Die Härte der Reaktionsprodukte wird durch ihre Struktur und durch evtl. mögliche Diffusionsreaktionen und Legierungshärtung bestimmt.

Die o. a. Mechanismen, die die Festigkeit und Härte von Metallen und Legierungen bestimmen, sind auch für die Kriecheigenschaften entscheidend [4]. Vereinfachend ist der Einfluß von gelösten Atomen oder kleinen harten Partikeln im Gefüge so zu deuten, daß Reibungswiderstände erzeugt werden. Hierbei können schon kleine Gehalte von Legierungs-Elementen wirksam sein [4]. Alle diese Zusammenhänge sind für Dentalamalgame bisher nur unzureichend wissenschaftlich durchdrungen und ergeben ein weites Betätigungsfeld künftiger Forschungen.

2. 3. Metallographische Untersuchungsmethoden

Die Metallographie umfaßt die optische Untersuchung des metallischen Gefüges. Als optische Mittel stehen elektromagnetische Wellen einerseits und die Korpuskularstrahlung andererseits zur Verfügung [13].

- Lichtmikroskopische Methoden -

Nach dem Endpolieren eines Anschliffs ist eine lichtmikroskopische Gefügebeurteilung nur dann möglich, wenn

die Gefügebestandteile mit verschiedenen Intensitäten reflektieren. Das ist gegeben, wenn die Gefügebestandteile eine ausreichende Eigenfarbe haben, oder wenn sie durch die vorausgegangene Schleif- und Polierbehandlung genügend unterschiedlich abgetragen wurden (Relief) [18].

Die Möglichkeiten zur Gefügekontrastierung sind zahlreich und verschiedenartig. Bei Dentalamalgamen hebt sich im polierten Zustand nur die Cu_3Sn-Phase (ϵ_1) im Grauton ab [5]. Zur Kontrastierung der übrigen Phasen sind bisher das Reliefpolieren und das chemische Ätzen gebräuchlich [1) 11) 16) 17) 24) 25)]. Erst in jüngster Zeit wird vereinzelt das Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren angewandt [2) 3) 5) 21)]. Die zunächst genannten Verfahren sollen sich durch mehrere Nachteile auszeichnen, obwohl in der Literatur [1) 11) 14) 17) 24) 25)] durchaus brauchbare Gefügebilder unterschiedlichster Amalgame zu finden sind. Das Reliefpolieren hat den Nachteil, daß bei der Bildung des Reliefs die weichen γ_2-Partikel zum Teil auspoliert werden können und somit Löcher vortäuschen. Gleichzeitig soll mit dieser Verfahrensweise nur ein unbefriedigender Kontrast zwischen den einzelnen Phasen erzeugt werden können [5].

Die in der Tabelle 1 aufgeführten chemischen Ätzverfahren sind im allgemeinen sehr aufwendig und werden mit unterschiedlichem Erfolg bei den einzelnen Amalgamen angewandt [5]. Weiterhin sollen chemische Ätzverfahren zu einer Verfälschung des Gefüges führen [5]. Das von Back und Dietrich [5] beschriebene Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren soll dagegen einwandfrei und reproduzierbare Kontraste erzeugen - Bild 6 - [5].

- Elektronenmikroskopische Methoden -

Elektronenmikroskope besitzen ein wesentlich höheres Auflösungsvermögen als Lichtmikroskope. Eines der wichtigsten

Elektronenmikroskope ist das Rasterelektronenmikroskop, das insbesondere durch seine hohe Tiefenschärfe zu einem räumlichen Bild des zu untersuchenden Gefüges führt[13]. Der räumliche Kontrast der einzelnen Gefügebestandteile bewirkt, daß nur einfache, präparative Anforderungen an den zu untersuchenden Schliff gestellt werden.

Die bei der Lichtmikroskopie stets geforderten Kontrastierungsverfahren werden bei Untersuchungen mit dem REM häufig nicht benötigt. Der einzig bekannte Nachteil des REM ist der hohe apparative Aufwand.

- Elektronenstrahlmikroanalyse -

Die o. a. Methoden der Gefügeuntersuchungen können umfangreiche Kenntnisse über den Aufbau der metallischen Stoffe vermitteln, sie vermögen aber im allgemeinen nichts über die Zusammensetzung der einzelnen Gefügebestandteile auszusagen. Da die Struktur der einzelnen im Dentalamalgamen vorkommenen Phasen in vielen Fällen aus röntgenographischen Untersuchungen bekannt ist, reicht es zur Phasenidentifizierung aus, die chemische Zusammensetzung qualitativ oder halb quantitativ zu kennen.

Ein Gerät, das derartige Analysen erlaubt und erfolgreich zur Phasenidentifizierung eingesetzt wird, ist unter dem Namen "Elektronenstrahlanalysator" oder auch kurz "Mikrosonde" bekannt [5]. Es stellt grob gesagt eine Kombination aus den Geräten dar, die bei der Lichtmikroskopie und bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung benutzt werden [13]. Hinzu kommt eine Einrichtung zur Strukturanalyse. Zur Phasenidentifizierung von Dentalamalgamen

werden die Signale der rückgestreuten Elektronen und die Signale der charakteristischen Röntgenstrahlung für Ag-, Hg, Sn-, Cu- und Zn aufgenommen. Die Intensität der Strahlung ist von der Zahl der getroffenen Atome abhängig. Wie oben angedeutet, kann die Zusammensetzung der Phasen somit qualitativ und mit höherem Aufwand auch quantitativ bestimmt werden.

Bild 7 zeigt ein Beispiel für die Phasenidentifizierung aus der Veröffentlichung von Back und Dietrich [5]. In der Figur 1a sind große mittelgraue Bereiche in einer hellgrauen Matrix zu erkennen. Wie Figur 1b bis 1d belegt, besteht die Matrix aus γ_1- und die mittelgrauen Bereiche aus γ-Phase . Innerhalb der Matrix ist in Figur 1a eine weitere Phase zu erkennen, die reliefartig erscheint. In diesen Bereichen zeigt Figur 1d eine erhöhte Sn-Konzentration an, wie es bei γ_2 zu erwarten ist. Anhand von Figur 1e kann die in den γ-Teilchen vorhandene dunkelgraue Phase als ε_1 identifiziert werden. Außerdem ist in dieser Figur zu erkennen, daß die γ-Phase und die γ_1-Bereiche eine gewisse Löslichkeit für Cu besitzen.

3. Versuchsprogramm

Wie eingangs erwähnt, werden im Handel eine Vielzahl von Amalgampulvern angeboten. Es war nun das Ziel dieser Arbeit, die Gefügestruktur der daraus hergestellten Amalgame zusammenfassend darzustellen, und wenn möglich, die in der Literatur häufig beschriebenen Einflußgrößen bei der Amalgamherstellung, wie Mischungsverhältnis, Anmischzeit, Stopfdruck auf die Festigkeit bzw. Härte der Amalgame mit metallographischen Untersuchungen zu begründen,und deren vermutlich unterschiedlichen Einfluß bei den verschiedenen Amalgamsorten näher zu beschreiben.

Die bei dieser Untersuchung gewählten Amalgampulver sollten konventionelle Amalgampulver und kupferreiche Amalgampulver unterschiedlicher Analyse und Korngröße umfassen. Hinsichtlich der Verarbeitungsbedingungen wurden Mischungsverhältnisse Legierung : Quecksilber-Gehalt von 4:3, 5:5 und 5:7 gewählt, um den Bereich der in der Literatur [9) 14)] angegebenen günstigsten Mischungsverhältnisse abzudecken bzw. den Verarbeitungsempfehlungen der Hersteller Genüge zu tun. Als Anmischzeit wurde z. T. 5 sec, zumeist jedoch 30 sec gewählt.

Um den in der Praxis realistischen Bereich des Stopfdrucks abzudecken, wurden die Stopfdrucke 2 und 15 N/mm^2 vorgesehen [6) 9) 15) 20)].

4. Untersuchungsmaterial

Entsprechend dem Versuchsprogramm wurden die folgenden Legierungspulver ausgewählt:

a) konventionelle Pulver
Dentalloy [R)], Katalloy[R)], Lumicon [R)], Revalloy [R)]
Standalloy [R)], Standalloy [R)]$_F$,

b) kupferreiche Pulver
Dispersalloy [R)], Luxalloy [R)], Tytin [R)].

Soweit die technischen Daten vom Hersteller angegeben sind, wurden diese in der Tabelle 2 zusammengefaßt.

4. 1. Makromorphologie und chemische Zusammensetzung typischer Legierungspulver

Die Morphologie der für die Untersuchungen vorgesehenen Legierungspulver geht aus den REM-Aufnahmen - Bilder 8 - 16 - hervor.

Hinsichtlich der Partikelgröße und Form sind die Pulver Katalloy und Standalloy vergleichbar, siehe dazu Bilder 8 und 9. Die relativ großen Partikel liegen in einem engen Streuband vor. Ein relativ enges Streuband der Korngröße ist bei den Pulvern Lumicon - Bild 10 - und Standalloy F - Bild 13 - festzustellen, wobei hinsichtlich der Partikelgröße dem Lumicon ein mittlerer Platz zwischen dem feinkörnigeren Standalloy F und den grobkörnigeren Fabrikaten zugeordnet werden muß. Die Amalgampulver Revalloy - Bild 12 und Dentalloy - Bild 11 - zeigen ein etwas breiteres Spektrum der vertretenen Korngrößen, wobei die größten Partikel etwa in der Größe des Standalloy F vorliegen.

Trotz dieser geringen Unterschiede ist in der Morphologie der Pulverkörner von Revalloy, Dentalloy und Standalloy F kein merklicher Unterschied festzustellen.

Die zu den kupferreichen Pulvern gehörenden Fabrikate Luxalloy und Dispersalloy zeigen neben dem überwiegenden Anteil an konventionellen Spanteilchen kugelförmige Partikel aus Ag-Cu-Eutektikum. Obwohl statistisch nicht abgesichert, scheint die Kugelgröße bei beiden Fabrikaten in der gleichen Größenordnung vorzuliegen. Größe und Streuband der Spanpartikel sind beim Dispersalloy etwa dem Dentalloy/Revalloy und beim Luxalloy dem Standalloy F zuzuordnen, d. h. im Luxalloy liegen im Durchschnitt größere Partikel vor als beim Dispersalloy.

Entsprechend den unterschiedlichen Partikelgrößen der einzelnen Fabrikate besitzen die verschiedenen Legierungspulver unterschiedliche spezifische Oberfächen und verschiedene Packungsdichten, woraus neben anderen Faktoren die Reaktionsgeschwindigkeit und möglicherweise auch die Festigkeit eines Amalgams beeinflußt werden kann. Ein

Extrem an Feinkörnigkeit bei größerer Streubreite der einzelnen Partikelgröße ist, wie Bild 16 zeigt, beim Tytin-Pulver gegeben. Hier liegen nur feine, kugelförmige Partikel vor.

Alle für die weiteren Untersuchungen vorgesehenen Pulver wurden einer naßchemischen Analyse hinsichtlich der Elemente Ag, Sn, Cu und Zn unterzogen - Tabelle 3 -. Der Differenzbetrag zu 100 % wurde dem Quecksilber zugeschlagen. Diese Vorgehensweise ist zumindest bei den konventionellen Amalgamen möglich, da einige dieser Pulver einer Voramalgamierung unterzogen worden sind. Bei diesen Amalgampulvern wurde teilweise eine geringfügige Überschreitung des in der ISO-Norm erlaubten Hg-Gehaltes von < 3 % festgestellt. Die Größe des Differenzbetrages ist aber durchaus auch aus der Ungenauigkeit des Analysenverfahrens oder mit statistischen Schwankungen zu erklären.

Bei den konventionellen Amalgampulvern ist der Ag- und Sn-Gehalt in einer engen Schwankungsbreite anzutreffen. Unterschiedlich ist bei den einzelnen Fabrikaten der Zn- und der insbesondere für die Festigkeit interessante Cu-Gehalt. Die kupferreichen Amalgame sind signifikant in zwei Analysenklassen einzuteilen.

Die aus Mischungen (γ -Späne und Ag-Cu-Legierungen in Kugelform) hergestellten Pulver zeigen bei gleichem Ag-Gehalt wie die konventionellen Amalgampulver einen wesentlich höheren Cu-Gehalt (ungefähr 11 %)und einen geringeren Sn-Gehalt als die konventionellen Amalgame.

Das aus einer ternären Legierung hergestellte Tytin hat eine Zusammensetzung mit deutlich geringerem Ag-Gehalt gegenüber den o. a. Pulvern und einen Sn-Gehalt, der den konventionellen Pulvern entspricht. Der Cu-Gehalt des

Tytins liegt in der gleichen Größenordnung vor, wie er auch in den Dispersionsamalgampulvern vorliegt. Entsprechend der rechnerischen Bestimmungsmethode des Hg-Gehaltes scheinen auch die kupferreichen Amalgame voramalgamiert zu sein.

Die bereits angesprochene Analysengenauigkeit und/oder fehlende Information über mögliche Zusatzelemente lassen jedoch Fehlinterpretationen bezüglich des Hg-Gehaltes zu.

4. 2. Probenherstellung

Zur Probenherstellung wurde ein Konstistometer benutzt. Über eine Führungsstange wurde die in eine Matrize (4 mm Durchmesser) gefüllte Amalgampaste direkt über einen Stempel mit 3,9 mm Ø belastet. Zum Anmischen des Amalgams wurde ein Dentomat benutzt.

Wie der Tabelle 4 zu entnehmen ist, wurden bei den verschiedenen Pulvern die Mischungsverhältnisse mit Hg auf 5:5, 4:3 und 5:7 eingestellt. Die Anmischzeiten wurden mit 5 und 30 sec, die Stopfdrucke mit 2 N/mm^2 und 15 N/mm^2 gewählt.

Bei der Bemessung der Masse der Probenkörper wurde bei den einzelnen Mischungsverhältnissen immer von einer konstanten Quecksilbermenge von 660 mg ausgegangen. Entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis wurden folgende Pulvermengen hinzugegeben:

Verhältnis Legierung zur Hg-Masse	Legierungspulvermasse in mg
5 : 5	660
4 : 3	880
5 : 7	472,

so daß die Gesamtmasse der Proben je nach Mischungsverhält-

nis unterschiedlich ist.

Nach der Herstellung wurden die Proben 24 h bei 37°C ausgelagert. Zwischen Probenherstellung und den Schliffuntersuchungen lag ein Zeitraum von ca. 5 Monaten.

Eine Zusammenstellung über die verwendeten Amalgamfabrikate, deren Herstellungsbedingungen, die Endanalyse und Härte ist der Tabelle 4 zu entnehmen.

Die Masse der Probekörper betrug beim Mischungsverhältnis 4 : 3 1540 mg, beim Mischungsverhältnis 5 : 5 1320 mg, beim Mischungsverhältnis 5 : 7 1132 mg.

Von jeder für die metallographischen Untersuchung vorgesehenen Probe wurde in gleicher Weise eine zweite für die chemische Analyse hergestellt.

4. 3. Chemische Zusammensetzung und Härte der Proben

Die Untersuchung der chemischen Zusammensetzung erfolgte wie beim Ausgangsmaterial auf naßchemischem Wege. Der Hg-Gehalt wurde nach Gleichung (1), s. Tabelle 3, bestimmt. Die Ergebnisse der chemischen Untersuchung sind in der Tabelle 4 zusammengestellt.

Ohne zunächst auf Einzelergebnisse einzugehen, wird aus den Meßergebnissen der Tabelle 4 deutlich, daß - obwohl der Hg-Gehalt des Pulvers durch entsprechende Umrechnung berücksichtigt wurde - bei einigen Proben ein höherer Hg-Gehalt vorliegt als der rechnerischen Einwaage entspricht. Als Ursachen sind hierfür zu nennen:

a) Ungenauigkeiten bei der Einwaage
b) Analysenfehler
c) statistische Schwankungen der Pulverzusammensetzung.

Da der höhere Hg-Gehalt der Proben hinsichtlich der Häufigkeit und Größe insbesondere bei den Dispersionsamalgamen Dispersalloy und Luxalloy auftritt, sind als Hauptursachen für die Differenzen die Fälle b) und c) zu vermuten.

In der Tendenz ist die Menge des abgedrückten Quecksilbers, wie aus Tabelle 4 hervorgeht, bei gleichen Herstellungsbedingungen bei den einzelnen Fabrikaten unterschiedlich. Generell bleibt festzustellen, daß mit zunehmendem Stopfdruck, primärem Hg-Gehalt, Anmischzeit und Teilchengröße mehr Quecksilber abgepreßt wird. Dies gilt sowohl für die konventionellen als auch für die kupferreichen Dispersionsamalgame. Eine Ausnahme von diesen allgemeinen Feststellungen ergibt sich hinsichtlich des Partikelgrößeneinflusses bei dem ternären Tytin, das trotz kleiner Partikelgröße noch erhebliche Hg-Mengen bei Mischungsverhältnissen <[5 : 5] freisetzt.

Weitgehend unabhängig von der Partikelgröße der einzelnen Fabrikate wird bei trockenen Mischungen (4 : 3) nur sehr wenig Hg abgepreßt. Bei feuchten Mischungen (5 : 7) ist dagegen stets eine hohe Hg-Abgabe zu verzeichnen.

- Härteprüfung -

Die Härteprüfung der Proben wurde an eingebetteten, für die Schliffuntersuchung präparierten Probekörpern durchgeführt.

Als Meßfläche ist die Probenmitte einer jeweils mittig durchgetrennten Probe festgelegt worden. In diesem Bereich wurden Vickers-Härteprüfungen nach DIN 50133 wahlweise mit einer Belastung von 0,5 kp und 1 kp durchge-

führt. Die Vickers-Härteprüfung hat den Vorteil, daß die Härtewerte nahezu unabhängig von der Größe der gewählten Belastungen sind [10].

Bei jeder Probe wurden 6 Einzelprüfungen durchgeführt und das arithmetische Mittel gebildet.

Die Ergebnisse der Härteprüfungen sind zusammen mit den Versuchsparametern und der chemischen Zusammensetzung der Tabelle 4 zu entnehmen.

5. Untersuchungsergebnisse

5. 1. Metallographische Grundsatzuntersuchungen

Zur Sichtbarmachung von Phasen oder Gefügebestandteilen des Amalgams ist, wie bei anderen metallischen und nichtmetallischen Stoffen, in der Regel eine besondere Probenvorbereitung erforderlich, die im allgemeinen mit einer geeigneten Schliffherstellung beginnt.

Sieht man zunächst von elektronenmikroskopischen Verfahren ab, so ist bei den üblichen Untersuchungen mit dem Auflichtmikroskop zur Erkennung der einzelnen Phasen ein ausreichender Kontrast erforderlich, der durch unterschiedliche Vorgehensweise verwirklich werden kann.

Zur Untersuchung der Dentalamalgame wurde zur Kontrastierung das Reliefpolieren mit und ohne Schrägfeldbeleuchtung, das chemische Ätzen und ein physikalisches Ätzverfahren gewählt.

5. 1. 1. Probenpräparation

Einer der wichtigsten Teilschritte zur Gefügeuntersuchung von Amalgamen ist die Probenpräparation, die die

Probentrennung, das Einfassen der Schliffebene in geeignete Einbettmittel, das Schleifen und das Polieren der Proben umfaßt.

Alle vorgenannten Vorgänge müssen, um Veränderungen des Gefüges zu verhindern, bei Temperaturen < 45°C erfolgen, da sonst bereits partielle Gefügeveränderungen durch die Reaktion

$$\gamma + \gamma_1 \rightleftarrows \gamma_2 + \beta$$

zu erwarten sind [5].

Dementsprechend wurden die Proben langsam, ohne Druck unter zusätzlicher Kühlung mit Hilfe einer Trennscheibe in Quer- und Längsrichtung geteilt.

Die vorliegenden kleinen und teilweise porösen Proben können nur zu einem Schliff mit ebener Oberfläche vorbereitet werden, wenn sie von einem geeigneten Einbettmittel umfaßt sind. An das verwendete Einbettmaterial wird die Forderung gestellt, beim Erhärten nicht zu einer Erwärmung der Proben über ca. 40°C zu führen. Diese Forderung können nach eigenen Untersuchungen (Thermoelementmessungen) die üblichen bei der metallographischen Untersuchung verwendeten Einbettmittel auf Kunststoffbasis nicht erfüllen.

Temperaturerhöhungen in der Probenmitte von 60 ° - 100 °C waren bei den Messungen die Regel. Die unter bestimmten Bedingungen vorliegenden geringeren Aushärtetemperaturen des von Schuler und Dietrich [22] für das Einbetten von Dentalamalgamen vorgeschlagenen Araldites waren zum Zeitpunkt der Untersuchung nicht be-

kannt. Aus diesem Grunde wurde zum Einbetten der Proben Stone-Gips verwendet, bei dem Reaktionstemperaturen von 37°C gemessen wurden.

Um ein ungleichmäßiges Abtragen des Einbettmittels beim Schleifen und Polieren zu verhindern, wurde der Boden der Einbettform mit Stahlsplittern versehen.

Das Grobschleifen der Proben erfolgte auf gebrauchtem SiC-Papier der Körnungen 320 - 600. Das Polieren der Proben wurde zunächst mit Diamantpaste*) (Körnung 3 μm) und anschließend mit Tonerde I und III auf Wolltuchunterlage durchgeführt. Die nach dem Polieren durchgeführten lichtmikroskopischen Beobachtungen zeigten mit Ausnahme der schwarz erscheinenden γ_2-Phase keine für die photographische Aufnahme geeigneten Kontraste.

Eine wesentliche Verbesserung der Kontrastierung konnte durch ein weiteres Polieren auf Samttuch mit einer Aufschlämmung von Magnesia-Usta (MgO) in destilliertem Wasser festgestellt werden. Andere als die oben beschriebenen Polierverfahren ergaben hinsichtlich der Kontraste zwischen den einzelnen Phasen schlechtere Ergebnisse.

5. 1. 2. Gefügeentwicklung und Phasenidentifikation

5. 1. 2. 1. Lichtmikroskopie

Wie bereits erwähnt, ist zur Beobachtung von Phasen- und Gefügebestandteilen im Auflichtmikroskop die Erzeugung von Kontrasten notwendig.

Der Kontrast kann auf einfachem, mechanischem Wege beim Polieren der Proben oder aufwendiger,

*) auf Samttuch

durch chemische und physikalische Ätzverfahren erzeugt werden [18].

5. 1. 2. 1. 1. Phasenkontrast polierter Proben

Durch Polieren kann, insbesondere wenn die Phasen stark unterschiedliche Härten besitzen, infolge einer Reliefbildung auf der Oberfläche eine Schattenwirkung erzeugt werden, die eine gute Unterscheidung von Gefügebestandteilen ermöglicht.

Anhand von einigen exemplarischen Beispielen soll hier zunächst ein Überblick über die Gefügestrukturen der unterschiedlichen Amalgamtypen ohne besondere Berücksichtigung der Verarbeitungsbedingungen gegeben werden.

- Konventionelle Amalgame -

Die konventionellen Amalgame lassen sich - neben der chemischen Zusammensetzung und den hier nicht untersuchten Abbindegeschwindigkeiten - hinsichtlich der Ausgangskorngröße in grob-, mittel- und feinkörnige Fabrikate unterscheiden.

Der Phasenaufbau dieser Amalgame ist, wie später noch gezeigt wird, für alle diese Fabrikate gleich, obgleich die Menge, Struktur und die Größe der γ-Relikte doch von der γ-Partikelgröße und den Herstellungsbedingungen der Proben abhängen und somit zu unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften führen.

Beispiele für den Gefügeaufbau von konventionellen Dentalamalgamen verschiedener Korngröße zeigen die Bilder 17 - 21 .

Die bei verschieden hoher Vergrößerung aufgenommenen Gefügebilder zeigen für die Dentalamalgame Katalloy, Lumicon, Dentalloy und Standalloy stets den gleichen Phasenaufbau.

Grundsätzlich sind vier verschiedene Phasen festzustellen:

a) mittelgraue Körner
b) eine hell erscheinende Matrix
c) innerhalb der o. a. Körner bzw. in der hellen Matrix eingelagerte schwarze Bereiche
d) innerhalb der Körner und der Matrix eingelagerte dunkelgraue Relikte.

Wie der Literatur [5] zu entnehmen ist, handelt es sich bei den mittelgrauen Körner um die ursprünglichen γ-Körner.

Die helle Matrix ist in entsprechender Weise einfach als γ_1-Phase zu identifizieren. Die in den γ-Relikten bzw. in der γ_1-Phase eingelagerten schwarzen Bereiche sind in den meisten Fällen eindeutig als γ_2-Phase zu identifizieren.

Eine Unterscheidung ist beim mikroskopischen Arbeiten durchaus möglich, ist aber bei der photographischen Aufnahme nicht immer eindeutig. Da weiterhin beim Polieren die γ_2-Phase herauspoliert wird, können auch Poren vorgetäuscht werden.

Eindeutige Unterscheidungen zwischen Poren und der γ_2-Phase sind durch eine Schrägfeldbeleuchtung möglich. Poren erscheinen hierbei als vollkommen dunkle Löcher. An Stellen,die γ_2-Phasen beeinhalten oder beinhaltet haben, ist deutlich

die γ_2-Phase im ungünstigsten Fall in Form von Restpartikeln zu erkennen. Derartige Unterscheidungen sind bereits gut bei 100-facher Vergrößerung durchzuführen. Bei hoher Vergrößerung ist eine Schrägfeldbeleuchtung zur Unterscheidung zwischen Poren und der γ_2-Phase zumeist nicht notwendig - Bilder 19 und 20 - . Bei 500-facher Vergrößerung ist in den γ-Restkörnern gut die ϵ_1-Phase zu identifizieren (Bilder 19 und 21).

- Kupferreiche Amalgame -

Ebenso wie bei den konventionellen Amalgamen ist auch bei den kupferreichen Amalgamen nach dem Polieren die Gefügestruktur gut zu erkennen. Aufgrund der chemisch-physikalischen Zusammensetzung unterscheidet man hierbei Amalgame vom Dispersionstyp und Amalgame mit ternären Ausgangspartikeln.

Als Gefügebeispiel für ein Dispersionsamalgam ist in den Bildern 22 und 23 ein Dispersalloyamalgam und für die Amalgame aus ternären Ausgangspulvern das Tytinamalgam gewählt worden - Bilder 24 und 25 -.

Die unter gleichen äußeren Bedingungen - Mischungsverhältnis 5 : 5, Stopfdruck 15 N/mm^2, Anmischzeit 30 sec - hergestellten Proben zeigen hinsichtlich ihrer Gefügeausbildung deutlich Unterschiede. Wie die Bilder 22 und 23 zeigen, besteht die Gefügestruktur des Dispersionsamalgams aus einer hellen Matrix, unregelmäßig großen mittelgrauen Körnern und hellgrauen bzw. hellgrau umsäumten weißen Kreisflächen. Die Phasengrenzen der Kreisflächen sind

häufig mit dunklen Punkten durchsetzt. Weiterhin sind Poren - im Bild schwarz - und eine unregelmäßig verteilte dunkelgraue Phase festzustellen. Aus den der Literatur zu entnehmenden Angaben besteht die helle Matrix aus einzelnen kleinen γ_1-Körnern. Die großen, unregelmäßigen grauen Bereiche sind den ursprünglichen γ-Körnern zuzuordnen.

Die kleinen, hellgrauen Kreisflächen bzw. hellgrauen Reaktionsringe sind der neugebildeten Cu_6-Sn_5-Phase und die hell erscheinenden runden Kernflächen dem Cu-Ag-Eutektikum zuzuordnen. Die vereinzelt auftretenden dunkelgrauen Phasen entsprechen möglicherweise der ϵ_1-Phase. Die γ_2-Phase ist in diesen Amalgamen nicht eindeutig festzustellen. Einige dunkle Relikte, insbesondere in der Nähe der γ-Körner lassen jedoch eine geringfügige γ_2-Bildung nicht ausschließen.

Die Schliffbilder der Tytin-Probe - Bilder 24 und 25 - zeigen neben einer gleichmäßigen Mikroporenbildung eine helle Matrix, bestehend aus γ_1-Körnern mit eingelagerten dunklen,kreisförmigen, mit zerklüfteter Reaktionsoberfläche versehenen Relikten.

Generell ist hier kein guter Kontrast festzustellen. Innerhalb der weißen Matrix sowie in den Reaktionszonen der ursprünglich kugelförmigen Partikel ist jedoch neben der dunkelgrauen Tönung der Partikelmitte noch eine hellgraue Phase zu erkennen. Hier liegt möglicherweise eine Cu-Sn-Verbindung vor. Neben der Mikroporenbildung sind im Gefüge noch einige dunkel erscheinende Partikel festzustellen, die ohne weitere Maßnahme nicht identifiziert werden können. Wahrscheinlich handelt es sich hierbei z. T. um Oxidpartikel.

5.1.2.1.2. Phasenkontrast chemisch geätzter Proben

Durch chemische Ätzmittel werden entweder infolge Reliefbildung auf der Oberfläche Schattenwirkungen erzeugt oder aber durch die Bildung verschieden dicker Niederschläge selektive Anfärbungen oder unterschiedliche Interferenzfarben Kontraste erzeugt.

Das am weitesten verbreitete Verfahren in der Metallographie zur Sichtbarmachung von Gefügen ist das chemische Ätzen.

Obwohl nach der oben beschriebenen Probenpräparation bereits alle im Gefüge der Amalgame auftretenden Phasen sichtbar gemacht werden konnten, wurden dennoch verschiedene in der Literatur angegebene Ätzmittel zur Verbesserung des Kontrastes angewandt.

Allgemein konnte dabei festgestellt werden, daß die Versuche mit einigen in der Tabelle 1 aufgeführten Ätzmittel keinerlei Verbesserung des Kontrastes ergeben haben, obwohl in der Literatur einige bei hoher Vergrößerung aufgenommene und veröffentlichte Gefügebilder [1) 11) 14) 17) 24) 25)] bessere Ergebnisse zeigen. Da weiterhin durch chemische Ätzmittel Gefügeveränderungen durch oberflächliche Reaktionen [5)] vorkommen sollen, wurde auf eine weitere Untersuchung dieser in der Literatur genannten Kontrastierungsarten für Dentalamalgame verzichtet.

Die von Abbott und Markinson [1) 17)] für unterschiedliche Dentalamalgame in jüngster Zeit vor-

gestellten chemischen Ätzmittel wurden hinsichtlich ihres Kontrastierungsvermögens nicht untersucht, sind aber in der Tabelle 1* aufgeführt. Die in den o. a. Veröffentlichungen gezeigten Gefügebilder wurden bei sehr hoher Vergrößerung (bis 3000-fach) aufgenommen und lassen insbesondere die Struktur der γ_1-Körner erkennen. Sieht man von diesem Korngrenzenätzeffekt ab, so zeigen polierte Proben bei hoher Vergrößerung einen ähnlich guten Kontrast zwischen den wesentlichen Phasen in Dentalamalgamen.

5.1.2.1.3. Phasenkontrast mittels Interferenz-Schichten-Metallographie

Das erstmals von Back und Dietrich [5] in die Amalgam-Metallographie eingeführte Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren soll neben einer sehr guten Phasenkontrastierung auch zu einer wirklichkeitsgetreuen Abbildung der Gefüge führen.

Damit ist es in beiden Punkten dem chemischen Ätzen weit überlegen. Bei diesem Verfahren wird zwischen einer Stahlkathode (Fe) und einer als Anode geschalteten Probe eine Spannung zwischen 0,5 und 2,5 kV angelegt. Bei einem Druck von $\approx$0,4 Torr entsteht eine selbsttätige Gasentladung, wodurch auf der Probe eine stark lichtbrechende Schicht erzeugt wird und sich optisch unterschiedliche Farbkontraste ergeben.

In der o. a. Untersuchung [5] wurden mit Sauerstoff als Reaktionsgas einwandfreie Farbkontraste erzielt, s. Bild 6. Schwierigkeiten sind bei porösen Proben zu erwarten, da bedingt durch das kalte Trocknen der porösen Proben unechte Farbeffekte durch Artefakte auftreten können.

Im Gegensatz zu der oben beschriebenen Veröffentlichung [5] wurde bei der eigenen Untersuchung Luft als Reaktionsgas eingeleitet. Der Druck im Reaktionsraum lag im Bereich 10^{-1} bis 10^{-2} mbar, die Stromstärke betrug 1,6 mA. Mit einer bereits länger benutzten Fe-Kathode wurden hell-/dunkelblaue Grundkontraste erzeugt. Die Reaktionszeiten bis zu einer ausreichenden Gefügeentwicklung lagen bei ca. 20 - 35 Minuten. Nach einem Kathodenwechsel wurden bei Reaktionszeiten von 15 - 20 Minuten hell-/dunkelviolette Grundkontraste erzeugt. Um unzulässige Temperaturerhöhungen der Proben zu vermeiden, wurden die Ätzungen ca. alle 2 - 3 Minuten etwa 1 Minute unterbrochen. Durch weitere Parametervariationen ist voraussichtlich die Bildqualität noch zu verbessern.

Zum Vergleich sind in den Bildern 26 und 27 die Gefüge der konventionellen Amalgame Kataloy und Standalloy F und in den Bildern 28 und 29 die der kupferreichen Dentalamalgame Dispersalloy und Tytin dargestellt. Die konventionellen Amalgame bestehen, wie in der Literatur beschrieben, im wesentlichen aus drei verschiedenen Phasen, die in den angeführten Gefügeaufnahmen, wie oben beschrieben, verschiedenartig angefärbt sind.

In Bild 26, das das Gefüge einer Katalloy-Probe bei 575-facher Vergrößerung darstellt, sind große γ-Restkörner festzustellen. Zwischen den einzelnen γ-Körnern liegt eine helle Matrix aus γ_1-Phase vor. Diese γ_1-Phase tritt ebenso wie die weiterhin vorhandene blau-violette γ_2-Phase teilweise in Kanälen der γ-Körner auf. Hauptsächlich befindet sich die γ_2-Phase an den Rändern der Körner sowie in verzweigter Form innerhalb der γ_1-Phase.

Gegenüber der γ_2-Phase treten die im Gefüge sichtbaren schwarzen Poren klar heraus.

Bild 27 zeigt die Gefügestruktur einer Standalloy$^{R)}$ F-Probe. Die ursprünglichen γ-Relikte liegen hier in kleinerer Größe als beim Katalloy vor und sind im vorliegenden Fall violett angefärbt. Die Matrix besteht aus γ_1-Partikeln und ist hell-violett gegenüber den γ-Körnern abgesetzt. Die gleichmäßig in kleinen Partikeln verteilte blau-grün erscheinende γ_2-Phase ist unter den vorliegenden Präparationsbedingungen sehr gut zu erkennen und gegenüber möglichen Poren sehr gut farblich abgesetzt. Die vereinzelt auftretende dunkel-violette Phase ist mit hoher Wahrscheinlichkeit als Cu-Sn-Phase (ϵ_1) zu identifizieren.

Die Bilder 28 und 29 zeigen die Gefügestruktur des kupferreichen Dispersionsamalgams Dispersalloy sowie die Gefügestruktur des aus ternären Ausgangspartikeln hergestellten Tytin-Amalgams.

Die bereits unter Punkt 5.1.2.1.1. beschriebene Gefügeausbildung des Dispersalloys und des Tytin-Amalgams ist auch in den Bildern 28 und 29, allerdings in besserem Kontrast, zu erkennen. Insbesondere die Cu-Sn-Reaktionsringe (η'-Phase) und die möglicherweise vorliegende ϵ_1-Phase (blaue Tönung) in γ-Partikeln ist mit dem Aufdampfverfahren besser zu erkennen (Bild 28).

Beim Tytin-Amalgam - Bild 29 - wird gegenüber den polierten Proben ein weit besserer Kontrast zwischen der Ausgangslegierung und den neu entstandenen fein verteilten Partikeln (vermutlich η'-Phase) deutlich.

Es ist durchaus denkbar, daß weitere Verbesserungen der experimentellen Bedingungen noch einen wesentlich besseren Kontrast zwischen den einzelnen Gefügebestandteilen bewirken werden.

5.1.2.2. Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskope (REM) lassen aufgrund ihrer hohen Tiefenschärfe bereits bei relativ kleinem Relief eine räumliche Unterscheidung der einzelnen Phasen voneinander zu.

Die Bilder 30 und 31 zeigen die mit dem REM aufgenommene Gefügestruktur des konventionellen Lumicon-Amalgams in verschiedenen Vergrößerungen. Die in den Bildern festzustellende helle Matrix ist als γ_1-Phase zu identifizieren, die mittelgrauen Körner sind davon deutlich abgesetzt und stellen die Relikte der γ-Körner dar. Innerhalb der γ-Körner sind mit $\gamma_1 + \gamma_2$ (dunkel-graue)-Phase gefüllte Kanäle festzustellen. Die innerhalb der γ_1-Phase und an den Rändern der γ-Körner durch einen räumlichen Konstrast festzustellende γ_2-Phase ist deutlich von einigen Poren zu unterscheiden. Innerhalb der Körner liegen Bereiche mit dunkel-grauer Tönung vor, die mit hoher Wahrscheinlichkeit der ϵ_1-Phase zuzuordnen sind.

Die Bilder 32, 33 und 34 geben bis zu einer Vergrößerung 2000:1 die Gefügestruktur eines Tytin-Amalgams wieder. Neben der hellen γ_1-Matrix und unreagierten runden Partikelkernen der ursprünglichen Legierung sind in der γ_1-Phase verteilte bzw. in den Reaktionszonen der runden Partikel etwas dunkler vorliegende Teilchen zu erkennen.

Ein eindeutiger Phasenkontrast zwischen diesen Partikeln in den Reaktionszonen und den Kernzonen ist nicht festzustellen.

Die etwas dunkler als die Kernzonen getönten Partikel scheinen eine höhere Härte zu besitzen, da Polierkratzer nicht so deutlich zu erkennen sind wie in der γ_1-Matrix und in den Kernzonen der unreagierten ternären Partikel.

Auffallend ist bei den Tytin-Proben die gleichmäßig verteilte Porigkeit sowohl innerhalb als auch zentrisch in einigen der runden Ausgangspartikel.

5.1.2.3. Phasenkontrast und Identifikation mittels Elektronenstrahlmikroanalysator

Eine weitere Möglichkeit, mit polierten Proben einen verbesserten Phasenkontrast zu erhalten, ist eine Beobachtung der Schliffoberfläche mit einem Elektronenmikroskop, das in Form einer Mikrosonde auch zur Phasenidentifikation geeignet ist.

Um einen Überblick über die Gefügestruktur zu erhalten, wird zunächst ein Elektronenrückstreubild angefertigt. Zur Ermittlung der Einzelphasen wurden von diesem Bild die Signale der charakteristischen Röntgenstrahlung für Hg, Ag, Sn, Cu und vereinzelt auch für Zn aufgenommen.

- Konventionelle Amalgame -

Zur Phasenidentifikation der konventionellen Amalgame wurden Katalloy- und Lumicon-Proben mit der Mikrosonde untersucht. Die Bilder 35 und 41 zeigen

die Elektronenrückstreubilder der untersuchten Proben. Die Bilder 36 bis 39 und 42 bis 45 geben für die untersuchten Amalgamproben die charakteristische Röntgenstrahlung an. Bild 40 zeigt für ein Katalloy-Amalgam ein Impulskonzentrationsdiagramm (line-scan), das die Konzentrationen der einzelnen Elemente über den in Bild 35 eingezeichneten Gefügebereich zeigt. In den Bildern 35 und 41 sind größere mittelgraue Bereiche in einer hellgrauen, z. T. körnig erscheinenden Matrix zu erkennen. Wie die charakteristische Röntgenstrahlung in den Bildern 36 bis 39 und 42 bis 45 für beide Proben zeigt, besteht die Matrix aus γ_1-Kristalliten und die mittelgrauen Bereiche aus γ-Phase. Innerhalb der γ_1-Matrix und den γ-Körnern ist eine weitere reliefartig schwarze Phase zu erkennen. In diesen Bereichen ist jeweils eine erhöhte Sn-Konzentration zu erkennen, wie sie für die γ_2-Phase zu erwarten ist.

Die weiterhin in den Rückstreubildern zu erkennende dunkelgraue Phase ist, wie die Röntgenbilder bzw. der Impulskonzentrationsquerschnitt - Bild 40 - zeigt, als Cu-Sn-Phase (ϵ_1) zu identifizieren. Die in den Bildern 39 und 45 vorliegenden Cu-Impulse zeigen weiterhin, daß das Cu nicht nur als Sn-Cu-Phase vorliegt, sondern auch gering in den γ- und γ_1-Bereichen gelöst ist. Durch eine Auswertung mittels Eichproben könnten diesen Impulskonzentrationen auch genaue prozentuale Mengen der einzelnen Elemente in den jeweiligen Bereichen zugeordnet werden.

- Kupferreiche Amalgame -

--- Dispersalloy ---

Bild 46 zeigt das Elektronenrückstreubild für eine Dispersalloyprobe. Das Bild zeigt

a) eine helle Matrix
b) runde, dunkelgraue Bereiche
c) dunkelgraue Reaktionsringe um einen körnig erscheinenden Kern
d) unregelmäßig hellgraue Bereiche
e) unregelmäßig dunkelgrau erscheinende Relikte
f) schwarze Bereiche.

Den Röntgenbildern Bild 47 bis 51 ist folgender Befund zu entnehmen:

zu a) die helle Matrix besteht aus γ_1-Phase mit gelösten Cu- und Sn-Anteilen,

zu b) die runde, dunkelgraue Phase kann aufgrund der Impulsintensitäten von Sn- und Cu-, Bilder 49 und 50, als Cu-Sn-Phase bestimmt werden,

zu c) der dunkelgraue Reaktionsring besteht, wie die Impulskonzentrationen zeigen, aus Cu-Sn-Phase. Der innen vorliegende helle körnige Kern besteht hauptsächlich aus Cu und Ag, wie es auch der ursprünglichen Zusammensetzung entsprechen würde. Während der Reaktion oder nach dem Polieren ist aber, wie Bild 47 zeigt, etwas Hg und möglicherweise Zinn - Bild 49 - in den Kern diffundiert,

zu d) bei den zerklüfteten hellgrau erscheinenden Bereichen handelt es sich eindeutig um γ-Restkörner, in denen etwas Cu und Zn gelöst ist,

zu e) die an einigen Stellen vorliegenden dunklen, unregelmäßig aussehenden kleinen Relikte sind, wie die Röntgenbilder 49 und 50 zeigen, als

Cu-Sn-Phase zu identifizieren,

zu f) bei den unregelmäßig vorliegenden schwarzen Bereichen handelt es sich, da keine besonderen Impulskonzentrationen der untersuchten Elemente vorliegen, um Poren.

Eine Zn-Cu-Phase ist zwar aufgrund des Röntgenbilds - Bild 51 - vereinzelt zu vermuten, kann aber in dem Elektronenrückstreubild nicht identifiziert werden.

Bereiche, die eine erhöhte Sn-Konzentration, jedoch kein Cu anzeigen, und damit auf die γ_2-Phase hindeuten würden, liegen nicht vor.

--- Tytin ---

Bei den Tytin-Amalgamen liegt, wie bereits erwähnt, vor der Amalgamierung eine ternäre, kugelförmige Ausgangslegierung vor.

Das Elektronenrückstreubild - Bild 52 - zeigt eine helle Matrix und große Partikel mit einer zerklüfteten Reaktionszone und einem unreagierten Kern. Innerhalb der Reaktionszone sind neben Ausgangspartikeln und der weißen Matrix noch mittelgraue Bereiche festzustellen, die bei kleineren Ausgangskugeln einen größeren Anteil ergeben. Neben diesen Phasen liegen innerhalb der hellen Matrix und größeren Ausgangspartikeln Poren vor, die insbesondere bei den Ausgangsteilchen zentrisch angeordnet sein können.

Die Röntgenbilder 53 bis 56 zeigen, daß die helle Phase aufgrund ihrer hohen Hg-Ag-Konzentration eindeutig als γ_1-Phase vorliegt. Die weiterhin gefundenen mittelgrauen Phasen innerhalb der Reaktionszonen

sind aufgrund der Röntgenbilder zunächst nicht eindeutig zu identifizieren. Gewisse Impulsanhäufungen für Sn- und Cu lassen jedoch darauf schließen, daß es sich hierbei um eine Cu-Sn-Phase handelt.

Die Hohlräume zeigen keine besonderen Impulsanhäufungen an, die von denen für die γ_1-Bereiche bzw. denen des ternären Ausgangspulvers abweichen.

5.2. Einfluß der Herstellungsbedingungen auf die Gefügeausbildung und Härte verschiedener Amalgame

5.2.1. Abhängigkeit der Amalgamhärte vom primären und effektiven Quecksilbergehalt unter Berücksichtigung des Stopfdrucks und der Anmischzeit

In der Literatur [6) 9) 14)] wird häufig die Festigkeit der Amalgame in Abhängigkeit vom primären Quecksilbergehalt unter Berücksichtigung der verschiedenen Herstellungsparameter angegeben.

Die Untersuchungsergebnisse zeigen, daß mit zunehmendem Stopfdruck bei gegebenem Mischungsverhältnis die Festigkeit ansteigt und sich verkürzte Anmischzeiten negativ auswirken.

Hinsichtlich des Einflusses des Hg-Pulver - Verhältnisses liegen keine einheitlichen Meßergebnisse vor. Zumeist wurde aber mit zunehmendem Hg-Gehalt eine Abnahme der Festigkeit gemessen. In den Bildern 57 a bis 62 a sind für konventionelle und kupferreiche Amalgame die Härtewerte in Abhängigkeit vom primären Hg-Gehalt, dem Stopfdruck und der Anmischzeit zu entnehmen. Hierbei scheinen sich die o. a. Ansichten über den Einfluß des Stopfdrucks und der Anmischzeit zu bestätigen, wenngleich auch unterschiedliche Härteverläufe bei den ein-

zelnen Amalgamtypen festzustellen sind. Über den Einfluß des primären Hg-Gehaltes lassen sich keine genauen Aussagen treffen, da sowohl bei den kupferreichen als auch bei den konventionellen Amalgamen positive und negative Härteveränderungen mit zunehmendem Hg-Gehalt auftreten. Ausgehend von der Überlegung, daß die Endfestigkeit wahrscheinlich vom tatsächlich vorliegenden Hg-Gehalt bestimmt wird, wurden die Ergebnisse der Härteprüfungen in den Bildern 57 b bis 62 b in Abhängigkeit vom angenommenen, d. h. effektiven Hg-Gehalt (s. a. Absatz 4.3.),aufgetragen. Hierbei konnte festgestellt werden, daß innerhalb des untersuchten Konzentrationsbereichs ein verschiedenartiges Verhalten der einzelnen Amalgamtypen vorliegt.

Gemeinsam ist allen Amalgamen, daß nach Erreichen eines Härtemaximums die Festigkeit bzw. Härte mit zunehmendem Hg-Gehalt abnimmt.

Weiterhin ist zu erkennen, daß unter den Bedingungen eines hohen Stopfdrucks und langer Anmischzeit bei nahezu allen Amalgamtypen ein Hg-Gehalt in einem Bereich erreicht wird, der für diesen Amalgamtyp charakteristisch ist. Bei geringen Stopfdrucken ist der effektive Hg-Gehalt im allgemeinen nur wenig vom primären verändert.

Der näherungsweise kontinuierliche Härteverlauf der verschiedenen Amalgame in Abhängigkeit vom tatsächlichen Hg-Gehalt zeigt, daß hiermit ein die Amalgamhärte weitgehend bestimmender Parameter vorliegt. Der Stopfdruck ist im allgemeinen nur über die bei gegebenem Anmischverhältnis unterschiedlich abgepreßte Hg-Menge wirksam. Bei den konventionellen grobkörnigen Amalgamen ist eine relativ große Härtevariation durch die gewählten Herstellungsbedingungen möglich. Das Härteniveau steigt mit zunehmendem Cu-Gehalt der Legierung an. Bei den grobkörnigen Amalgamen konnte im untersuchten

effektiven Hg-Konzentrationsbereich ein Abfall der Härte nach einem Maximum beobachtet werden. Bei Amalgam aus grobkörnigen Pulvern ist eine Verringerung der Anmischzeit von 30 auf 5 sec hinsichtlich der Härteänderung z. T. nur schwach ausgeprägt.

Bei dem mittelkörnigen Lumicon konnte im Untersuchungsbereich kein Härtemaximum bestimmt werden. Die erreichten Härtewerte bei diesem Amalgam zeigen eine weitgehende Unempfindlichkeit gegen eine Variation der Herstellungsbedingungen.

Die feinkörnigen, konventionellen Amalgame Dentalloy, Standalloy F und Revalloy zeigen hinsichtlich des Einflusses der Anmischzeit eine starke Abnahme der Härte bei einer Verkürzung derselben.

Bei den üblichen Herstellungsbedingungen (Mischungsverhältnis 5 : 5, Anmischzeit 30 sec) zeigt das grobkörnige Katalloy-Amalgam eine größere Abnahme des Hg-Gehalts als die feinkörnigen Amalgame. Die feinkörnigen Amalgame sind bei vergleichbarem Hg-Gehalt durch eine etwas höhere Härte gekennzeichnet als die grobkörnigeren konventionellen Amalgame.

Die kupferreichen Amalgame zeigen ebenso wie die konventionellen oberhalb eines bestimmten Hg-Gehalts eine Abnahme der Härte mit zunehmendem Hg-Gehalt.

Der Einfluß des Stopfdrucks auf die Härte ist bei den kupferreichen Amalgamen ebenso wie bei den konventionellen nur über die Höhe der abgepreßten Hg-Menge gegeben.

Wenn der effektive Hg-Gehalt als Variable angenommen wird, liegt kein Einfluß des Stopfdrucks auf die Härte vor.

Bei den Dispersionamalgamen liegt bei ca. 53 % effektivem Hg-Gehalt ein Härtemaximum vor. Eine Veränderung der Anmischzeit hat je nach Fabrikat unterschiedlich negative Folgen

für die Höhe der sich einstellenden Härte. Luxalloy scheint hierbei etwas umempfindlicher zu sein als Dispersalloy.

Das ternäre Tytin-Amalgam zeigt im Untersuchungsbereich kein eindeutiges Härtemaximum.Die Empfindlichkeit gegenüber einer Verminderung der Anmischzeit liegt auch bei diesem Amalgam vor. Mit dem Tytin-Amalgam konnten die höchsten Härtewerte von allen Amalgamtypen im Bereich HV 1 = 160 unabhängig vom Mischungsverhältnis bei hohen und bei niedrigen Stopfdrukken unter der Bedingung einer trockenen Anmischung (4 : 3) erreicht werden.

Generell haben alle Versuchsreihen ergeben, daß die Härte unabhängig vom Amalgamfabrikat oberhalb bestimmter Grenzwerte durch die Zunahme der relativ weichen γ_1-Phase bestimmt wird. Die bei gleichen effektiven Hg-Gehalten, jedoch bei geringeren Anmischzeiten zumeist vorliegenden geringeren Härtewerte zeigen, daß daneben auch die Art der Ausbildung der einzelnen Phasen eine Rolle spielt. Die bei geringen und bei hohen Hg-Gehalten häufig von einem Härtemaximum abweichenden Härtewerte lassen den Schluß zu, daß nicht nur die Menge der Einzelphasen für die Härte entscheidend ist, sondern auch die Verbindung der einzelnen Körner untereinander mit in die Betrachtung einbezogen werden muß.

Im weiteren wird versucht, durch entsprechende Beschreibung der sich einstellenden Gefüge eine Zuordnung zu den Festigkeitseigenschaften durchzuführen.

5.2.2. Darstellung der Gefügeausbildung unterschiedlicher Amalgamtypen unter besonderer Berücksichtigung des effektiven Quecksilbergehalts und der Anmischzeit

Die im weiteren zu besprechende Gefügeausbildung der unterschiedlichen Amalgamfabrikate wird, da der effektive Hg-Gehalt als gewisse Ordnungsgröße für die sich einstellende Härte vorliegt, in entsprechender Reihenfolge durchgeführt.

Da bei ähnlichen Hg-Gehalten durch geringere Anmischzeiten häufig kleinere Härtewerte gemessen worden sind, wird dieser Einfluß getrennt betrachtet.

Die Darstellung der Gefügeausbildung wird hauptsächlich mit Hilfe polierter Proben durchgeführt. Für die Erklärung der wesentlichsten Gefügeunterschiede in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen haben sich Vergrößerungen im Bereich 100 : 1 bis 200 : 1 als sinnvoll herausgestellt. Höhere Vergrößerungen bringen weniger die Unterschiede bei den einzelnen Herstellungsbedingungen, sondern mehr die Feinstruktur in den Vordergrund, die insbesondere für die Erfassung von Reaktionsmechanismen interessant ist. Auf die grundsätzlichen Unterschiede der Gefügeausbildung verschiedenartiger Amalgamfabrikate und Typen wird später eingegangen.

Aus den bereits vorgestellten Untersuchungsergebnissen hat sich, wie die Bilder 57 a und b bis 62 a und b zeigen, herausgestellt, daß mit zunehmendem effektiven Hg-Gehalt im wesentlichen eine Härteabnahme vorliegt.

Eine Erklärung dieses Sachverhalts ist in einfacher Weise durch den Umsatz der γ-Phase mit Hg zu γ_1 und γ_2 gegeben [14]. Diese Reaktionsphasen sind weicher als die γ-Phase. Andererseits ist die Härte der γ-Phase für die Amalgamproben nur dann interessant, wenn ein ausreichender Verbund zwischen den einzelnen Körnern besteht.

Sind diese Brücken zwischen den einzelnen Körnern zu schwach ausgebildet, so ist trotz eines hohen Gehalts an γ-Phase mit entsprechend hoher Härte der Einzelkörner nur eine geringe Härte des Gesamtverbands zu erwarten.

Der Zusammenhang zwischen Festigkeit und Gefügeausbildung ist, wie oben bereits angedeutet, sehr komplexer Natur und im Grunde genommen nur bei relativ dichten, d. h. nahezu porenfreien Strukturen durch die Umsatzmenge der Reaktionsphasen bzw. der Verschiedenartigkeit der Phasenmorphologie zu erklären.

Der Einfluß der Porosität auf die Festigkeitseigenschaften soll hier nicht untersucht werden. Es ist auch allgemein bekannt, daß hohe Porositäten, wie sie häufig bei geringen Anmischzeiten und kleinen Stopfdrucken vorliegen, die Festigkeitseigenschaften verschlechtern [14]. In dieser Arbeit soll vielmehr die Gefügestruktur weitgehend unabhängig von der Porenausbildung betrachtet werden. Zur Charakterisierung der mechanischen Festigkeit kleiner Gefügebereiche ist in diesem Zusammenhang nur eine Mikrohärteprüfung angebracht. Im weiteren wird also die Gefügestruktur und

der grundsätzliche Härteverlauf der einzelnen Amalgamfabrikate unter unterschiedlichen Herstellungsbedingungen betrachtet.

5.2.2.1. Katalloy

Die in Bild 57 b dargestellte Härtekurve für Katalloy-Amalgame zeigt im allgemeinen einen Abfall der Härte mit zunehmendem effektivem Hg-Gehalt der Proben im Bereich zwischen 42 und 53 % Hg an. Unter 42 % Hg scheint die Verbindungsstruktur zwischen den einzelnen Körnern der γ-Phase die Festigkeit zu bestimmen. In diesem Bereich muß also eine Härtezunahme mit ansteigendem Hg-Gehalt wirksam sein. Diese Aussage gilt allgemein für Anmischzeiten von 30 sec . Bei geringen Anmischzeiten (5 sec) ist bei vergleichbaren Hg-Gehalten tendenziell eine Abnahme der Härte zu verzeichnen.

In den Bildern 63, 64 und 65 ist die Gefügestruktur bei der Vergrößerung 100 : 1 für Katalloy-Amalgame mit einer Anmischzeit von 30 sec zu sehen. Die helle Matrix zeigt die γ_1-Phase, die grauen Körner die γ-Phase und die schwarzen Bereiche die γ_2-Phase. Das Aussehen der Gefügestruktur mit den o. a. Bildern ist durch unterschiedliche Aufnahmetechniken nicht einheitlich.

Die Bilder 63 und 64 zeigen das Gefüge bei normaler Beleuchtung. Die in diesen Bildern einmal schwarz und einmal dunkelgrau erscheinden γ_2-Relikte sind durch eine unterschiedliche Intensität der Reliefbildung beim Polieren bedingt.

Bild 65 zeigt ein quecksilberreiches Katalloy-Amalgam

in Schrägfeldbeleuchtung. In diesem Fall sind die schwarzen γ_2-Strukturen besonders gut sichtbar. Die bessere Unterscheidung zwischen Poren und γ_2-Phase bei einer Schrägfeldbeleuchtung bedingt jedoch einen schlechteren Kontrast zwischen γ-und γ_1-Phase.

Die Bilder 63 bis 65 zeigen Gefügestrukturen von Amalgamen mit einem effektiven Hg-Gehalt von 42 - 52 %. Den Umsatzmengen entsprechend liegt in dem Gefüge mit zunehmendem Hg-Gehalt ein vermehrter Anteil von γ_1- und γ_2-Phase vor. Die γ_2-Phase ist bei hohen Hg-Gehalten häufig in größeren zusammenhängenden Strukturen angeordnet. Die γ-Körner werden durch die Reaktionen bedingt, mit zunehmendem Hg-Gehalt kleiner und sind in mehrere Einzelrelikte zerteilt. Eine Abnahme der Anmischintensitäten hat, wie die Bilder 66 und 67 zeigen, gegenüber den oben besprochenen Gefügestrukturen bei gleichen Hg-Gehalten eine stellenweise vergrößerte Ausbildung der γ_2-Phase zur Folge. Bei hohen Hg-Gehalten ist weiterhin eine ausgeprägte Tendenz zum orientierten Wachstum bzw. dendritischen Ausbildung der γ_2-Phase festzustellen.

Die oben beschriebene grundsätzliche Gefügeausbildung wird in den Bildern 68 bis 71 bei einer 200-fachen Vergrößerung verdeutlicht. Bei dieser Vergrößerung ist bereits recht deutlich die γ_1- und γ_2-Bildung innerhalb von Kanälen der γ-Körner zu erkennen. Bei 500-facher Vergrößerung ist die durch die Reaktion bedingte Ausbildung der Einzelphasen - Bilder 72 bis 74 - noch deutlicher zu erkennen. Insbesondere wird die grobe Ausbildung der γ_2-Phase bei hohen Hg-Gehalten bzw.deren orientiertes Wachstum bei einer Anmischzeit von 5 sec sichtbar.

5.2.2.2. Standalloy

Die Härte der Standalloy-Amalgame in Abhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt - Bild 58 b - zeigt einen ähnlichen Verlauf wie bei dem ebenfalls grobkörnigen Katalloy-Amalgam. Gegenüber den Katalloy-Amalgamen ist ein höheres Härtemaximum und -niveau mit steigendem Hg-Gehalt festzustellen.

Weiterhin ist das Härtemaximum zu höheren effektiven Hg-Gehalten verschoben. Bei einem Legierungs/Hg-Verhältnis von 4 : 3 ist eine ausgeprägte Abhängigkeit der Härte vom Stopfdruck gegeben. Wahrscheinlich infolge einer höheren Porenhäufigkeit liegt bei niedrigem Stopfdruck eine wesentlich geringere Härte vor als bei hohem Stopfdruck.

Die Bilder 75 - 80 zeigen bei einer Vergrößerung von 100 : 1 die Gefügeausbildung bei üblicher, senkrechter Beleuchtung.

Die Bilder 81 - 85 geben die Ausbildung der Gefügestrukturen bei einer Schrägfeldbeleuchtung wieder. Bei einer Schrägfeldbeleuchtung ist, wie bereits beschrieben, eine Unterscheidung zwischen γ_2-Phase und Poren deutlicher möglich. Die Ausbildung der einzelnen Phasen ist bei den Standalloy-Amalgamen mit zunehmendem Hg-Gehalt in gleicher Weise gegeben, wie bei dem Katalloy-Amalgam.

Eine unterschiedlich starke Ausbildung der einzelnen Phasen in Abhängigkeit vom Stopfdruck ist nicht zu beobachten. Nur der tatsächlich vorliegende, d. h. der effektive Hg-Gehalt ist für die Ausbildung der einzelnen Phasen entscheidend.

Durch die unterschiedliche Beleuchtung ist eine optimale Gefügebetrachtung möglich.

Bei einer Anmischzeit von 5 sec ist bei vergleichbaren Hg-Gehalten gegenüber den Gefügen, die aus Proben mit einer Anmischzeit von 30 sec hergestellt worden sind, wieder ein vergröbertes und insbesondere bei hohen Hg-Gehalten ein längsorientiertes Wachstum der γ_2-Phase gegeben - Bilder 86 - 88 -.

Die Feinstruktur der Standalloy-Amalgame ist anhand eines Beispiels in den Bildern 89 - 91 wiedergegeben. Neben der Ausbildung der γ-Phase und den γ_1- und γ_2-Reaktionsphasen an ursprünglichen Korngrenzen bzw. Reaktionszonen innerhalb der Körner sind in den γ- und γ_1-Phasen noch dunkelgraue Bereiche, also ϵ_1-Phasen, festzustellen.

5.2.2.3. Lumicon

Die Härte in Abhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt für Lumicon-Amalgame - Bild 59 b - ist im Gegensatz zu den bisher vorgestellten grobkörnigen Katalloy- und Standalloy-Amalgamen in den durch die Herstellung bedingten effektiven Hg-Gehalten von 45 - 59 % relativ flach. Alle Härtewerte sind dem Bereich 110 - 95 Vickers-Einheiten zuzuordnen. Bei vergleichbarem Hg-Gehalt wird durch eine Verminderung der Anmischzeit von 30 auf 5 sec nur eine geringfügige Abnahme der Härte erzeugt. Die aus mittelkörnigen γ-Partikeln hergestellten Lumicon-Amalgame sind somit bezüglich der erreichbaren Härtewerte unempfindlich und unabhängig von den Herstellungsbedingungen.

Der Härteverlauf in Abhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt zeigt, daß die Menge der Einzelphasen und der Cu-Gehalt nicht allein über die Härte entscheiden, sondern auch die Ausbildung der Einzelphasen einen maßgeblichen Einfluß haben.

In den Bildern 92 bis 97 ist bei 100-facher Vergrößerung anhand einiger Beispiele die Gefügestruktur der Lumicon-Amalgame mit unterschiedlichen Hg-Gehalten dargestellt. Generell ist sowohl bei niedrigen als auch bei hohen Hg-Gehalten eine gleichmäßige Verteilung der vorkommenden Phasen gegeben (Anmischzeit = 30 sec). Ein Härteabfall mit zunehmendem Hg-Gehalt wird anscheinend durch die gröbere Ausbildung der γ_2-Phase mit zunehmendem Hg-Gehalt verursacht.

In den Bildern 96 und 97 ist die Gefügestruktur der Amalgame bei vergleichbaren Hg-Gehalten, jedoch geringerer Anmischintensität (Zeit = 5 sec) zu entnehmen. In diesen Fällen ist wiederum eine örtliche Vergröberung und eine orientierte Ausbildung der γ_2-Phase festzustellen.

In den Bildern 98 bis 100 sind die Gefügestrukturen von Lumicon-Amalgamen bei höheren Vergrößerungen dargestellt.

5.2.2.4. Dentalloy

Dentalloy-Pulver ist, wie eine vergleichende Betrachtung der REM-Aufnahmen zeigt, hinsichtlich der Spangröße ein Gemenge aus feinkörnigen Partikeln verschiedener Größe - Bilder 8 - 16 -.

Untersucht wurden Dentalloy-Proben, die mit einheitlichem Mischungsverhältnis von 1 : 1, aber unterschiedlichen Stopfdrucken und Anmischzeiten hergestellt worden sind. Die Abhängigkeit der Härte vom effektivem Hg-Gehalt in Bild 60 b zeigt, daß bei Anmischzeiten von 30 sec der Stopfdruck auf die sich einstellende Härte keinen signifikanten Einfluß hat. Bei geringerer Anmischzeit von 5 sec ergeben sich trotz gleichartiger Hg-Gehalte insbesondere bei niedrigen Stopfdrucken ausgeprägte Härteabnahmen.

Die Bilder 101 bis 103 zeigen bei 100-facher Vergrößerung die Gefügestruktur der Dentalloy-Amalgame mit einer Anmischzeit von 30 sec und Stopfdrucken von 15 bzw. 2 N/mm^2. Grundsätzliche Unterschiede in der Gefügestruktur der o. a. Proben liegen nicht vor. Eine gleichmäßige Verteilung der drei Phasen γ, γ_1 und γ_2 wird durch graue, weiße und schwarze Bereiche angezeigt.

Bei geringeren Anmischzeiten als 30 sec (5 sec) und einem Stopfdruck von 15 N/mm^2 liegt, wie aus dem Bild 104 hervorgeht, eine Vergröberung und leichte Orientierung der γ_2-Phase vor. Liegt bei einer Anmischzeit von 5 sec ein Stopfdruck von 2 N/mm^2 anstatt von 15 N/mm^2 vor, so ist neben der γ_2-Vergröberung eine ausgeprägte Orientierung der γ_2-Phase festzustellen - Bilder 105 und 106 -. Neben den drei Phasen sind in den zuletzt genannten Bildern Poren festzustellen.

Bei höherer Vergrößerung, d. h. 200 : 1 und 500 : 1, Bilder 107 - 110, 20, 111 - 113, gehen die oben beschriebenen Strukturen in Einzelheiten besser hervor.

Daneben ist auch die Verteilung der Einzelphasen in Kanälen und Kornzwischenbereichen zu erkennen.

5.2.2.5. Revalloy

In Ausgangsmorphologie, Zusammensetzung, effektivem Hg-Gehalt und Härte sind die Amalgamfabrikate Revalloy und Dentalloy kaum zu unterscheiden.

Die Bilder 114 bis 123 geben je nach Herstellungsbedingungen die gleichen Gefügestrukturen wieder, wie sie auch bei der Besprechung der Dentalloy-Amalgame vorgestellt wurden. Sie dienen im wesentlichen dem Nachweis einer gleichartigen Gefügeausbildung, wenn die Ausgangsgeometrie und chemische Zusammensetzung zweier Amalgamfabrikate ähnlich ist.

Zu den bekannten Strukturen, die bei 500-facher Vergrößerung im allgemeinen bereits recht deutlich zu erkennen sind, sind in den Bildern 122 und 123 die Cu-Sn-Phase (ϵ_1, dunkelgrau) innerhalb von γ-Relikten und der γ_1-Phase bei 1300-facher Vergrößerung sichtbar.

5.2.2.6. Standalloy F

Standalloy F gehört zu den feinkörnigen Amalgamfabrikaten. Die Gefügeausbildung von Standalloy F-Amalgamen wird mit einem konstanten Ausgangsmischungsverhältnis von 1 : 1 und variablem Stopfdruck sowie Anmischzeiten untersucht.

Die Härte in Abhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt - Bild 60 b - zeigt bei 30 sec Anmischzeit keine Abhängigkeit vom Stopfdruck an. Bei Anmischzeiten von 5 sec ist dagegen bei niedrigen Stopfdrucken ein starker und bei höheren Stopfdrucken ein mäßiger

Abfall gegenüber den Härtewerten zu erkennen, die mit höheren Anmischzeiten zu erreichen sind. Die bei 100-facher Vergrößerung in den Bildern 124 bis 129 zu entnehmenden Gefügestrukturen zeigen bei hohen Anmischzeiten eine gleichmäßige und fein verteilte Ausbildung der Gefügebestandteile. Dieses gilt insbesondere auch für die Ausbildung der γ_2-Phase.

Bei einer Verringerung der Anmischzeit von 30 sec auf 5 sec ist eine Vergröberung der γ_2-Phase und zusätzlich bei einem Stopfdruck von 2 N/mm^2 wieder eine ausgerichtete Struktur der γ_2-Phase augenfällig.

Bei hohen Vergrößerungen sind die o. a. beschriebenen Gefügestrukturen besser zu beobachten - Bilder 130 bis 133 -.

Die durch das Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren hergestellten Farbkontraste für die einzelnen Phasen sind, wie in Abschnitt 2.1.3. beschrieben, je nach Durchführungstechnik unterschiedlich.

5.2.2.7. Dispersalloy

Dispersalloy-Amalgampulver ist ein Gemenge, das aus konventionellem Amalgam-Pulver und kugelförmigen Partikeln aus Ag-Cu-Eutektikum besteht.

Die Mikrosondenuntersuchung ergab, daß Dispersalloy-Amalgame im wesentlichen aus der γ-Phase, γ_1-Phase und Cu-Sn-Phase (η') besteht. Weiterhin konnte festgestellt werden, daß eine ausgeprägte Diffusion von Hg in die grundsätzlich noch vorliegenden Eutektikumspartikel vorgelegen haben muß. Neben den o. a. Phasen war eine ausgeprägte Porenbildung festzustellen.

Die bei Dispersalloy-Amalgamen festzustellende Härteabhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt zeigt zwei Bereiche - Bild 61 b -. Zwischen 42 und 53 % Hg wurde ein Anstieg der Härte von etwa 100 auf 140 Vickers-Einheiten festgestellt. Höhere Hg-Gehalte, wie sie besonders bei geringem Stopfdruck und Mischungsverhältnissen von 5 : 5 bzw. 5 : 7 auftraten, ergaben einen Härteabfall auf 120 Vickers-Einheiten bei einer zugehörigen Konzentration von 57 % Hg.

Generell ist mit steigendem effektiven Hg-Gehalt ein größerer Umsatz von γ-Phase und Eutektikumspartikeln gegeben, wie es auch bei 100-facher Vergrößerung aus den Bildern 134 bis 139 (Anmischzeit 30 sec) hervorgeht.

Die γ-Phase ist in den angeführten Bildern dunkelgrau und die γ_1-Phase hell- bis mittelgrau kontrastiert.

Die Cu-Sn-Phase (η'), die zumeist als mittelgraue Ringe um einen hellen Kern aus Eutektikumspartikeln erscheint, liegt in gleichmäßiger Verteilung vor. Neben den oben genannten Phasen ist eine ausgeprägte Porenbildung festzustellen.

Bei höheren Vergrößerungen 200 : 1 und 500 : 1 - Bilder 140 - 150 - sind neben den beschriebenen Phasen, die an den Phasengrenzen zwischen γ_1 und Cu-Sn-Phase anhaftenden Oxidpartikel gut zu beobachten. Weiterhin ist in einigen Fällen, z. B. Bilder 141, 147 und 150, ein vereinzeltes Vorliegen der γ_2-Phase, insbesondere in der Nähe der γ-Phase durch Reliefbildung von den Poren mit einiger Sicherheit zu unterscheiden.

Innerhalb der γ- und der γ_1-Phase können weiterhin,

wie z. B. Bilder 149 und 150 zeigen, dunkelgraue Bereiche erkannt werden. Entweder handelt es sich um eine Zn-Cu-Phase oder um eine Cu-Sn-Phase von anderer Konstitution als in den Reaktionsringen. Mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit ist aber anzunehmen, daß es sich hierbei um die auch in konventionellen Amalgamen auftretende ϵ_1-Phase handelt.

Die Härteabhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt wird durch die Gefügestrukturen nicht eindeutig belegt. Die bei geringem Hg-Gehalt vorliegenden tieferen Härtewerte müssen auf eine zu schwach ausgeprägte Verzahnung der einzelnen Gefügebestandteile herrühren. Mit zunehmendem Hg-Gehalt nimmt durch entsprechenden Phasenumsatz die Verzahnung zu. Neben der γ_1-Phase tritt bei der Reaktion die harte Cu-Sn-Phase (η') auf, die durch die feine Verteilung innerhalb der γ_1-Matrix ebenfalls zur Härtesteigerung beitragen sollte. Die mit zunehmendem Hg-Gehalt vermehrt auftretende γ_1-Phase bewirkt, daß bei einer bestimmten Zusammensetzung und Konstellation der einzelnen Phasen zueinander ein Abfall der Härte mit zunehmendem Hg-Gehalt einsetzt. Der Härteabfall wird beschleunigt, wenn Anmischzeiten von 5 sec anstatt 30 sec verwendet werden. Bei einem Stopfdruck von 2 N/mm^2 wurde eine Abnahme auf 60 Vickers-Einheiten gegenüber 130 Vickers-Einheiten bei 30 sec Anmischzeit und ähnlichem Hg-Gehalt beobachtet. Die Gefügestruktur der weicheren Probe ist von der der härteren Probe nicht zu unterscheiden.

Eine Erklärung für dieses Phänomen ist bei den durchgeführten Beobachtungen nicht erkannt worden. Möglicherweise ist die größere Porenhäufigkeit bei Amalgamen,

die mit kurzer Anmischzeit hergestellt worden sind, für diese Verhältnisse verantwortlich.

In den Bildern 151 und 152 sind die vorliegenden Phasen bei 1300-facher Vergrößerung zu erkennen. Der Phasenkontrast von polierten Dispersalloy-Proben ist bei derartig hohen Vergrößerungen wesentlich ausgeprägter als bei 500-facher Vergrößerung. Insbesondere ist in den Bildern 151 und 152 die Oxidhaut um bzw. in den z. T. bereits umgesetzten Ag-Cu-Partikeln zu erkennen. Derartige Oxidhäute wirken einer Verzahnung der einzelnen Gefügebestandteile entgegen und sollen sich negativ auf die Festigkeit bzw. Härte eines Amalgams auswirken.

5.2.2.8. Luxalloy

Luxalloy-Amalgampulver ist hinsichtlich der Zusammensetzung (Ausnahme Zink) und der Partikelgröße weitgehend ähnlich mit Dispersalloy-Amalgampulver. Die bei einigen Proben (Mischungsverhältnis 5 : 5, Stopfdruck 2 und 15 N/mm^2) und 30 sec Anmischzeit ermittelten Härtewerte passen gut in das Gesamtbild der für Dispersalloy-Amalgame ermittelten Abhängigkeiten der Härte vom effektiven Hg-Gehalt überein.

Wie im weiteren noch vorzustellende Gefügebilder - 178 und 184, hergestellt mit der Interferenz-Aufdampftechnik - zeigen, liegen bei Luxalloy-Amalgamen hinsichtlich der Phasenstruktur ähnliche Verhältnisse vor, wie sie unter 5.2.2.7. für Dispersalloy-Amalgame beschrieben wurden.

5.2.2.9. Tytin

Tytin-Amalgampulver besteht aus einer ternären Ag-Sn-Cu-Legierung der in Tabelle 3 angegebenen Zusammensetzung.

Entsprechend dem Temperatur-Konzentrationsschnitt des Systems Ag-Sn-Cu [12] sollten die feinkörnigen durch Verdüsen in Kugelform vorliegenden Partikel im Gleichgewicht aus β'-Phase und der ϵ_1-Phase bestehen.

Bei der Amalgamierung entsteht, wie bereits häufiger beschrieben, im wesentlichen die γ_1-Phase. Das Sn der β'-Phase müßte sich, sofern keine γ_2-Phase auftritt, durch Diffusionsreaktionen mit der ϵ_1-Phase zu der zinnreicheren η'-Phase umsetzen. Dementsprechend sollten in den Gefügebildern der Tytin-Amalgame neben den Relikten der Ausgangslegierung die γ_1-Phase und die η'-Phase vorliegen. Die Mikrosondenuntersuchungen - Bilder 52 - 56 - lassen eindeutig die γ_1-Phase erkennen. Die vermutete η'-Phase konnte aus der qualitativen Darstellung der Röntgenimpulse in den Bildern nicht eindeutig nachgewiesen werden. Als Ursache sind zu geringe Konzentrationsveränderungen gegenüber den Ausgangspartikeln anzusehen.

Im Elektronenrückstreubild - Bild 52 - ist jedoch eindeutig eine Tönung festzustellen, die auf das Vorhandensein einer zweiten Reaktionsphase schließen läßt.

Neben den Elektronenrückstreubildern ist auch in den noch vorzustellenden Gefügebildern, bei denen

zur Gefügeentwicklung auch die Interferenz-Aufdampfschicht-Technik verwandt wurde, neben γ_1-Bereichen und Relikte der Ausgangspartikel noch eine dritte Phase zu erkennen, die wahrscheinlich der η'-Phase zuzuordnen ist.

Der in Bild 62 b dargestellte Härteverlauf für verschieden hergestellte Tytin-Amalgame zeigt in Abhängigkeit vom effektiven Hg-Gehalt der Proben im vorliegenden Untersuchungsbereich 44 - 53 % Hg bei einer Anmischzeit von 30 sec einen Abfall der Härte von ca. 160 auf 110 Vickers-Einheiten an . Eine geringere Anmischintensität in Form einer Anmischzeit von 5 sec ergibt, wie Bild 62 b zeigt, insbesondere bei geringem effektiven Hg-Gehalt einen merklichen Härteabfall gegenüber den Werten mit höherer Anmischzeit.

Die Bilder 153 bis 165 zeigen die Gefügeausbildung mit zunehmendem Hg-Gehalt bei unterschiedlichen Vergrößerungen.

Neben der hell getönten Matrix aus γ_1-Mischkristallen ist in allen Bildern eine dunkelgraue und eine davon abgesetzte, mehr ins mittelgraue übergehende Phase festzustellen. Dieser von den Ausgangspartikeln etwas abgesetzte Gefügebestandteil zeigt die vermutete η'-Phase. Diese Phase ist sowohl in der Matrix verteilt, als auch in den Randzonen der dunkelgrauen ternären Ausgangspartikel enthalten. Weiterhin ist in den Gefügebildern eine ausgeprägte Porenbildung festzustellen, die jedoch nicht zwingend vom effektiven Hg-Gehalt oder vom Stopfdruck abhängt. Der γ_1-Anteil nimmt, wie die Bilder 153 - 165 zeigen, mit zunehmendem Hg-Gehalt zu.

Die oben beschriebenen Gefügestrukturen sind aufgrund des feinkörnigen Ausgangspulvers naturgemäß bei höheren Vergrößerungen - Bildern 158 bis 165 - deutlicher zu erkennen.

In den Bildern 166 bis 168 ist die Gefügeausbildung von Tytin-Amalgam mit einer Anmischzeit von 5 sec dargestellt.

Die bei 30 sec Anmischzeit unter sonst gleichen Verhältnissen erreichbare Vickers-Härte von etwa 160 Einheiten wird durch die kürzere Anmischzeit um etwa 25 % verringert.

Auffallend für Amalgame, die mit kurzer Anmischzeit hergestellt worden sind, ist die in den oben genannten Bildern vorliegende ausgeprägte poröse Struktur.

In den Bildern 169 und 170 sind die Gefügestrukturen bei 5 und 30 sec Anmischzeit bei 1300-facher Vergrößerung dargestellt.

Neben den oben beschriebenen Phasen ist generell eine enge Verzahnung der einzelnen Phasen miteinander zu erkennen. Abgesehen von größeren Relikten der ternären Ausgangslegierung ist die feine Verteilung eines mittelgrauen, vermutlich der η'-Phase zuzuordnenden Gefügebestandteils festzustellen.

Bild 170 zeigt eine für Tytin-Amalgame mit geringer Anmischzeit typ ische Zusammenballung kleinerer Partikel der Ausgangslegierung. Diese Partikel liegen aufgrund des dunkelgrauen Aussehens anscheinend in ihrer Ausgangszusammensetzung vor.

Zwischen den Partikeln liegen Hohlräume und möglicherweise

Oxidpartikel vor, die nur unzureichend miteinander verbunden sind. Diese in weiten Bereichen gelockerte Struktur ist vermutlich als Ursache für die geringere Härte des Tytin-Amalgams bei relativ kurzen Anmischzeiten anzusehen.

5.3. Phasenmorphologie und Reaktionsmechanismen

5.3.1. Konventionelle Amalgame

In den untersuchten Amalgamen treten unabhängig von den Herstellungsbedingungen und der Ausgangskorngröße im wesentlichen die zu erwartenden Phasen γ, γ_1, γ_2 und ϵ_1 auf. Größe, Anteil und Verteilung der verschiedenen Phasen sind bei verschiedenen Vergrößerungen (115 : 1, 230 : 1 und 575 : 1) für drei typische Vertreter der konventionellen Amalgame in den Bildern 171, 174, 175, 176, 180, 181 und 182 zu entnehmen.

Zur Kontrastierung der einzelnen Phasen wurde in den o.a. Bildern das Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren verwandt. Bedingt durch unterschiedliche Aufdampfbedingungen sind verschiedenartige Farbkontraste möglich. Die Einzelphasen sind deutlich voneinander abgesetzt zu erkennen.

Die γ-Relikte stellen dunkelblau bzw. dunkel-violett angefärbte,verschieden große Körner dar. Die Reliktgröße ist signifikant von der Ausgangskorngröße abhängig. Entsprechend den in den Bildern 8, 10 und 13 gezeigten Verhältnissen bei den Legierungspulvern fällt die Korngröße in der Reihe Katalloy, Lumicon, Standalloy F ab. Dies entspricht auch dem Abfall der

Korngröße und der γ-Relikte in den Amalgamen in den Bildern 174 bis 176 bzw. 180 bis 182.

Die in der o.a. Bildzusammenstellung zu ersehende hellblaue bzw. hell-violett abgesetzte Farbe der Matrix stellt, durch eigene Untersuchungen erhärtet -Bild 41 -, feinkörnige γ_1-Bereiche dar.

Die bei der Amalgamierung ablaufenden Vorgänge sind komplexer Natur und umfassen Diffusions-, Lösungs-, Keimbildungs- und Wachstumsvorgänge.

Die γ_1-Phase liegt im wesentlichen zwischen den ursprünglichen Körnern der γ-Phase bzw. an deren Stelle vor.

Die in den Bildern 180 bis 182 zu ersehende zerklüftete Oberfläche der γ-Körner, sowie innerhalb der Körner vorliegende tiefe Reaktionskanäle, bestätigen die in der Literatur [3) 23)] vertretene Auffassung, daß Auflösungsvorgänge insbesondere an den Korngrenzen innerhalb der Körner sowie Auskristallisationsvorgänge innerhalb der übersättigten Schmelze zur Bildung der γ_1-Phase führen.

Die in den Bildern 180 - 182 gezeigte Struktur der γ_2-Phase zeigt bei den üblichen Anmischzeiten von 30 sec keine besonderen Unterschiede hinsichtlich der auftretenden Partikelgröße.

Im Verhältnis zur Korngröße der γ_1-Partikel - vergl. Bild 41 - liegen stets relativ große γ_2-Kristallite, zumeist in Form verästelter zusammenhängender Strukturen vor, die in Übereinstimmung mit den Untersuchun-

gen von Aldinger, Schuler [3) 23)] u. a. an den Korngrenzen der γ-Körner bzw. innerhalb von Reaktionszonen der γ-Relikte vorliegen.

Bei kurzen Anmischzeiten von 5 sec wurde bei den konventionellen Amalgamen im allgemeinen eine Vergröberung und ein ausgeprägtes orientiertes Wachstum der γ_2-Phase beobachtet. Das Auftreten einer derartigen Struktur war zumeist ein deutlicher Hinweis auf einen signifikanten Abfall der Härte.

Besonders ausgeprägt war das orientierte Wachstum bei relativ feinkörnigen Amalgamen.

Bei grobkörnigen Amalgamen treten zwar ähnliche Erscheinungen auf, ihre Auswirkungen auf die Härte sind jedoch im allgemeinen nicht sehr hoch.

Es ist anzunehmen, daß bei kurzen Anmischzeiten die mechanische Verteilung des Hg und die Zerkleinerung der γ-Körner weniger ausgeprägt ist. Weiterhin wird wahrscheinlich während der Vermischung bereits gebildete γ_2-Phase nicht mehr in größeren Mengen von den γ-Körnern abgelöst. Somit ist es denkbar, daß die Keimzahl der γ_2-Phase innerhalb der Schmelze und an den Phasengrenzen im allgemeinen geringer ist als bei höheren Anmischzeiten. Die geringere Keimzahl bewirkt dann im allgemeinen eine Vergrößerung der einzelnen γ_2-Kristallite.

Neben der Ausbildung der oben beschriebenen Phasen ist in den Bildern 181 und 182 noch eine Cu-Sn-Phase - vermutlich ϵ_1 - festzustellen. Diese Phase tritt nachweislich bei allen konventionellen Amalgamen[5)] auf, die größere Mengen an Cu in den Spänen beinhalten. Eine Umsetzung der ϵ_1-Phase bei der Amalgamierung zu η' ist in den metallographischen Untersuchungen nicht beobachtet worden.

5.3.2. Kupferreiche Amalgame

Bei kupferreichen Amalgamen ist zwischen den Amalgamen vom Dispersionstyp und denen zu unterscheiden, deren Ausgangspartikel aus einer ternären Legierung bestehen. Mit den Bildern 171 bis 185 ist ein direkter Vergleich in der Gefügestruktur der konventionellen und der kupferreichen Amalgame möglich. Gegenüber den konventionellen Amalgamen zeichnen sich die kupferreichen durch eine stark veränderte Struktur aus.

5.3.2.1. Dispersionsamalgame

Die Pulver für Amalgame vom Dispersionstyp bestehen zum überwiegenden Teil aus konventionellem Amalgampulver und zum geringeren aus einer Ag-Cu-Legierung in Form kleiner Kugeln. Bei der Reaktion mit Hg entstehen im wesentlichen γ_1-Mischkristalle und eine Cu-Sn-Phase in Form von Partikeln bzw. Reaktionsringen, die um die Partikel aus der ursprünglichen Ag-Cu-Legierung angeordnet sind. Die Mechanismen dieser Reaktion sind bisher noch nicht untersucht worden. Aufgrund der Gefügeausbildung muß jedoch ein Transport von dem Sn aus der γ-Phase zu den Ag-Cu-Legierungspartikeln über die flüssige Hg-Phase stattgefunden haben. Andererseits muß auch ein Transport von Cu-Atomen zu anscheinend intermediär gebildeten γ_2-Partikeln vorgelegen haben, da im Gefüge durchaus Cu-Sn-Verbindungen festzustellen sind, die nicht in der Nähe der Reaktionsringe liegen.

γ_2-Gebiete konnten in den Röntgenbildern 47 bis 51 nicht identifiziert werden.

Neben den o. a. Phasen tritt in den Amalgamen vom Dispersionstyp in Reliktform die γ-Phase auf. Die γ-Phase zeigt bei den Dispersionsamalgamen die gleiche Struktur wie bei den feinkörnigen konventionellen Amalgamen.

Als vierte Phase ist in den Dispersionsamalgamen eine je nach den Aufdampfbedingungen entweder dunkel-violett oder dunkelblau angefärbte Phase innerhalb der γ_1-Matrix oder den γ-Relikten festzustellen. Ein Vergleich der Gefügestrukturen von Dispersalloy- und Luxalloy-Amalgam - Bilder 183 und 184 - zeigt, daß es sich hierbei nicht um eine Zn-Cu-Phase handeln kann, da bei beiden Amalgamen diese Phase auftritt, Luxalloy aber kein Zink enthält. Da weiterhin in den Röntgenbildern keine übereinstimmenden Hg-Sn-Anhäufungen gefunden wurden, kann nur der Schluß gezogen werden, daß es sich hierbei um eine Cu-Sn-Phase mit einer anderen Zusammensetzung als bei den Reaktionsringen handelt.

Bei den Reaktionsringen handelt es sich entsprechend den Literatur-Angaben [14)] mit hoher Wahrscheinlichkeit um die η'-Phase und bei den Partikeln innerhalb der γ-Relikte um die ϵ_1-Phase.

Das Röntgenbild - Bild 47 - zeigt, daß eine ausgeprägte Hg-Diffusion in die Ag-Cu-Relikte vorliegt. Die Gefügebilder 172, 177, 178, 183 und 184 zeigen, daß auch innerhalb der anscheinend unreagierten Kerne Veränderungen vor sich gegangen sind, deren Ausmaß in der vorliegenden Untersuchung nicht geklärt werden kann. Hierzu sind umfangreichere quantitative Mikrosonden- und weiterführende metallkundliche Untersuchungen notwendig.

Beispielsweise ist es nicht auszuschließen, daß innerhalb der Partikel durch Diffusion eine Cu-Hg-Verbindung entsteht, oder auch in einem früheren Stadium an Stelle der Cu-Sn-Phase vorgelegen hat, die durch später ablaufende Festkörperreaktionen wieder umgesetzt worden sind.

Der gesamte Ablauf der Amalgamierung von Dispersionsamalgam-Legierungen ist, wie auch der Ablauf der Härtewerte in Abhängigkeit vom tatsächlichen Hg-Gehalt zeigt, noch nicht genügend erforscht. Bei kurzen Anmischzeiten wurde z. T. ein extremer Härteabfall festgestellt. Ob hierbei insbesondere die Oxidpartikel um die Ag-Cu-Partikel eine besondere Rolle spielen, konnte nicht geklärt werden.

5.3.2. Amalgame aus ternären Legierungspulvern

In den Bildern 173, 179 und 185 ist die Gefügestruktur von Amalgamen mit ternären Ausgangspartikeln anhand von Tytin-Amalgamen vorgestellt.

Die Gefügestruktur derartiger Amalgame ist von den übrigen bisher vorgestellten vollkommen unterschiedlich und zeichnet sich dadurch aus, daß die γ- und die γ_2-Phase nicht vorliegen.

In der Matrix, die durch γ_1-Mischkristalle gebildet wird, sind Relikte der Ausgangspartikel mit stark zerklüfteter Oberfläche und einer locker anliegenden zweiten Reaktionsphase zu erkennen. Die qualitativen Untersuchungen mit der Mikrosonde lassen keine eindeutige Identifikation dieser zweiten Phase zu.

Wie im Punkt 5.2.2.9. beschrieben, ist es denkbar, daß es sich hierbei um die Cu-Sn-Phase (η') handelt. Bei der Reaktion der Ausgangspartikel mit Hg wird das Ag der β'-Phase

zu γ_1 umgesetzt. Die oben angesprochene zweite Reaktionsphase läßt die Möglichkeit offen, daß das in der β'-Phase der Reaktionsschicht enthaltene Sn sich mit der ϵ_1-Phase, die ebenfalls in der Reaktionsschicht vorliegt, zur η'-Phase umsetzt. Die Reaktionen laufen, wie die zerklüfteten Grenzflächen zeigen, vorzugsweise an den Phasengrenzen ab. Die Bildung der γ_1-Phase geschieht in ähnlicher Weise wie bei den konventionellen Amalgamen, vermutlich über Lösungs- und Auskristallisationsvorgänge. Die Bildung der η'-Phase ist möglicherweise durch einen Diffusionsmechanismus gegeben.

In Verbindung mit den kleineren Ausgangspartikeln liegt bei den untersuchten Amalgamen auf ternärer Ausgangsbasis neben den großen Partikeln in der γ_1-Matrix eine feine Verteilung von vermutlich η'-Partikeln vor, die aufgrund ihrer Härte besonders gut zur Festigkeitssteigerung geeignet sind.

Eine Verminderung der Anmischzeit von 30 auf 5 sec ergibt aufgrund einer inhomogenen Verteilung der Ausgangspartikel bei vergleichbaren Hg-Gehalten der Proben in der γ_1-Matrix einen Härteabfall.

Der Reaktionsmechanismus der ternären Ausgangspartikel mit dem Hg ist aus den vorliegenden Gefügebildern nicht befriedigend zu beschreiben.

Weitere Untersuchungen unter Einschluß der thermodynamischen Bedingungen und der Reaktionskinetik sind notwendig.

Die Entstehungsbedingungen für die in Tytin-Amalgamen häufig vorliegenden Mikroporen sind mit hoher Wahrscheinlichkeit aufgrund der Diffusionsreaktionen gegeben. Die Verteilung der Poren in der γ_1-Matrix sowie innerhalb der Ausgangspartikel läßt schließen, daß aus den Partikeln mehr Materie heraus transportiert, als umgekehrt durch Diffusionsvorgänge hinein transportiert wird.

6. Erörterung

Die Vielfalt der in Dentalamalgamen vorkommenden Gefügestrukturen macht es notwendig, die durch chemische oder physikalische Untersuchungen gewonnenen Erkenntnisse mit Hilfe der Metallographie zu deuten.

Die Versuche,mit Hilfe metallographischer Untersuchungen die Gefügestruktur von Dentalamalgamen aus unterschiedlichen Pulvern unter verschiedenartigen Herstellungsbedingungen in Relation zu ihrer Härte darzustellen, können in der vorliegenden Form nur als Ansatzpunkt und als Aufforderung der tieferen Durchdringung dieser oder ähnlicher Zusammenhänge verstanden werden.

Es ist gelungen, die zwischen den einzelnen Amalgamtypen bestehenden Unterschiede hinsichtlich ihrer Gefügestruktur und Härte deutlich herauszustellen.

Von den angewandten Präparationsmethoden und Untersuchungsverfahren hat sich zur Gefügeentwicklung das Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren und die anschließende Lichtmikroskopie als geeignet erwiesen. Diese Untersuchungsmethodik ist hinsichtlich ihres apparativen Aufwands als optimal zu bezeichnen. Zur Auffindung allgemeiner Unterschiede in der Gefügestruktur der verschiedenartigen Amalgame sind aber auch polierte Proben geeignet. Die angewandten chemischen Ätzmittel zur Kontrastierung der Gefügebestandteile in Dentalamalgamen ergeben wesentlich schlechtere Kontraste, als sie mit dem Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren möglich sind. Neuere Entwicklungen in bezug auf chemische Ätzverfahren lassen erwarten, daß bei hohen Vergrößerungen ähnlich gute Ergebnisse nicht ausgeschlossen werden können [1].

Zur Gefügeuntersuchung ist weiterhin das Raster-Elektronen-Mikroskop geeignet. Ein entsprechender Einsatz bei größeren Versuchsreihen scheitert jedoch häufig an dem hohen apparativen Aufwand und den damit verbundenen Kosten.

Zur Phasenidentifikation eignet sich im besonderen der Einsatz der Mikrosonde. Die hierbei anfallenden Elektronen-Rückstreu-Bilder sind ebenfalls zur Gefügebeschreibung geeignet.

Alle Untersuchungen der Dentalamalgame sollten neben den metallographischen aber auch chemische Untersuchungen umfassen. Die in dieser Arbeit festgestellten starken Veränderungen der Ausgangsmischungen haben einen erheblichen Einfluß auf die späteren Meßergebnisse und können, wenn die chemische Zusammensetzung nicht überprüft wird, zu Fehlinterpretationen führen. Da weiterhin alle Messungen durch die Porosität der Amalgame beeinflußt, und diese aus der Gefügestruktur von einzelnen Proben nicht ausreichend erfaßt werden, sollte die Messung dieser Grundeigenschaft bei weiteren Untersuchungen stets erfolgen.

In der vorliegenden Arbeit wurden Porositätsuntersuchungen nicht durchgeführt, da derartige Erscheinungen auf die durchgeführten technischen Härteprüfungen im Kleinlastbereich zunächst nicht als relevant angesehen worden sind. Wie in der Arbeit beschrieben, konnte diese Annahme zumeist bestätigt werden; sie traf aber auch in einigen Fällen nicht zu.

Die in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen bei den einzelnen Amalgamfabrikaten auftretenden Härte- und Gefügeveränderungen sind im Abschnitt 5.2. im einzelnen wiedergegeben.

Im folgenden wird nun weniger auf die Einzelheiten, sondern mehr auf gemeinsame Merkmale der verschiedenen Amalgamgruppen eingegangen. Aufgrund des chemisch-physikalischen Aufbaus der untersuchten Amalgamfabrikate sind mehrere Gruppen gegeben.

-- Konventionelle Amalgame --

a) mit feinkörnigem Ausgangspulver
b) mit grobkörnigem Ausgangspulver

-- Hochkupferhaltige Amalgame --

a) Dispersionstyp
b) Legierungen aus ternären Legierungen

Bei den konventionellen Amalgamen konnten bei relativ geringen, effektiven Hg-Gehalten z. T. Härtemaxima bestimmt werden, die durch festigkeitsbestimmende Vorgänge, wie ausreichende Brückenbindungen zwischen den einzelnen γ-Partikeln, Größe der γ-Partikel, Verteilung kleiner, harter ϵ_1-Partikel, Ausbildung der γ_2-Phase, Cu-Gehalt und Volumenanteile der Phasen γ, γ_1 und γ_2 bestimmt werden. Die in der Praxis vorliegenden Hg-Gehalte liegen zumeist in einem Bereich, der durch eine Abnahme der Härte mit zunehmendem effektiven Hg-Gehalt gekennzeichnet ist. Die Abnahme der Härte zeichnet sich in diesem Bereich dadurch aus, daß mit zunehmendem Hg-Gehalt die Mengenanteile der relativ weichen γ_1- und γ_2-Phase die Härte bestimmen. Dieser Fall ist bei den konventionellen Amalgamen bei effektiven Hg-Gehalten >45 % sowie bei den hochkupferhaltigen Tytin-Amalgamen gegeben. Bei den Dispersionsamalgamen liegt eine Abnahme der Härte erst bei größeren Hg-Gehalten von ca. 53 % vor.

Neben dem tatsächlichen Hg-Gehalt sind zur allgemeinen Be-

schreibung der Härte von Dentalamalgamen die Anmischintensität, der Stopfdruck, die Ausgangskorngröße und der Gehalt an härtesteigernden Elementen entscheidend. Daß der Stopfdruck die Härte von Amalgamen mitbestimmt, ist in den meisten Fällen weniger auf den Druck als eine die Porenhäufigkeit verringernde physikalische Größe zurückzuführen, sondern vielmehr dadurch gegeben, daß mit steigendem Druck mehr Hg aus der Mischung abgepreßt wird und damit weniger γ_1- und γ_2-Phasenbestandteile vorliegen. Dieser Sachverhalt gilt nur für Ausgangsmischungen 5 : 5 und 5 : 7. Ein Hg-Legierungs-Ausgangsverhältnis von 4 : 3 wird dagegen hinsichtlich des effektiven Hg-Gehalts vom Stopfdruck nahezu nicht mehr beeinflußt. Diese Aussage gilt für alle Amalgame unter der gemeinsamen Voraussetzung einer Anmischzeit von 30 sec.

Wie in Bild 186 dargestellt, ist bei den konventionellen, feinkörnigen Amalgamen eine Einschränkung notwendig. Bei geringeren Anmischintensitäten bzw. Anmischzeiten - im vorliegenden Fall von 5 sec - ist bei diesen Fabrikaten eine eindeutige Verringerung der Härte bei geringeren Stopfdrukken festzustellen.

Diese Verringerung der Härte ist, wie dem Bild 186 zu entnehmen ist, unabhängig vom Cu-Gehalt der Proben und den Phasenanteilen γ, γ_1 und γ_2 signifikant festzustellen. Als Ursache für dieses Verhalten kann nur ein hoher Gehalt an Mikroporen und die relativ grobe und orientierte Ausbildung der weichen γ_2-Phase vermutet werden.

Die Ausgangsmorphologie der Teilchen ist ein entscheidender Faktor für die sich einstellende Amalgamhärte.

Die Härte von drei feinkörnigen Amalgamen mit ca. 50 % effektivem Hg-Gehalt sowie die Amalgamhärte von grobkörnigen Amal-

gamen mit rd. 45 bis 55 % effektivem Hg-Gehalt in Abhängigkeit vom Cu-Gehalt der Proben zeigt Bild 186. Bei der Gegenüberstellung der Härtewerte von grobkörnigen und feinkörnigen Amalgamen fällt zunächst auf, daß bei denjenigen mit relativ großen Ausgangspartikeln eine Härtesteigerung mit abnehmenden effektiven Hg-Gehalten vorliegt, und weiterhin generell unabhängig vom effektiven Hg-Gehalt (Bereich > 45 % Hg) eine mit dem Cu-Gehalt zunehmende Härtesteigerung vorliegt. Diese Härtesteigerung ist unabhängig vom Stopfdruck bei den üblichen Anmischzeiten von 30 sec gegeben.

Die Amalgame mit feinkörnigen Ausgangspartikeln wurden nur im Mischungsverhältnis 1 : 1 untersucht. Bei ca. 50 % effektivem Hg-Gehalt der Proben ist bei Anmischzeiten von 30 sec keine Abhängigkeit der Härte vom Cu-Gehalt festzustellen. Gegenüber den Amalgamen mit grobkörnigen Partikeln liegen unter Zugrundelegung gleicher Cu-Gehalte im untersuchten Konzentrationsbereich Härteunterschiede bis zu 40 Vickers-Einheiten vor, die im Grunde genommen nur durch die unterschiedliche Feinkörnigkeit der γ-Restpartikel zu erklären sind. Mit zunehmendem Cu-Gehalt der grobkörnigen Amalgame ist eine Härtesteigerung bis in Höhe der Härte von feinkörnigen Amalgamen mit Cu-Gehalten von etwa 1,5 % im abgebundenen Amalgam möglich. Die hierzu benötigte Cu-Konzentration beträgt ca. 3 % im abgebundenen Amalgam.

Allgemein haben die Untersuchungen ergeben, daß die im Handel angebotenen konventionellen Amalgamfabrikate hinsichtlich des sich ergebenden Härteniveaus unter ungünstigen Bedingungen, wie geringer Anmischzeit und kleinem Stopfdruck, sich ähnlich verhalten.Bei ausreichend hohem Stopfdruck und einer Anmischzeit von 30 sec und vergleichbarem effektiven Hg-Gehalt ist die Härte der Amalgame aus feinkörnigen Partikeln im allgemeinen höher als die aus grobkörnigen Ausgangspartikeln bei gleichem Cu-Gehalt.

Die Gefügebilder der konventionellen Amalgame zeigen unter gleichen Anmischbedingungen mit zunehmendem Hg-Gehalt eine kontinuierliche Veränderung der Gefügestruktur dahingehend, daß der γ-Anteil abnimmt und die Mengenanteile der γ_1- und γ_2-Phase zunehmen.

Die mit grobkörnigen Amalgampulvern bei hohen effektiven Hg-Gehalten($\rightarrow$ 60 %) und einer Anmischzeit von 30 sec vorliegende Härte von ca. 80 Vickers-Einheiten bei 1,5 % Cu-Gehalt wird auch bei einer Anmischzeit von 5 sec erreicht. Mit zunehmendem Cu-Gehalt wird der negative Einfluß einer kurzen Anmischzeit auf die Härte deutlicher - Bild 186 - . Bei den nur kurz angemischten Amalgamen ist im Gefüge stets eine relativ grobe und gerichtete Struktur der γ_2-Phase festzustellen. Die bei längeren Anmischzeiten bei konventionellen Amalgamen aus grobkörnigen Pulvern vorliegende Abhängigkeit der Härte vom effektiven Hg-Gehalt ist bei relativ kurzen Anmischzeiten von 5 sec nur schwach ausgebildet.

Bei kurzer Anmischzeit scheint eine vom Cu-Gehalt bestimmte Basishärte gegeben zu sein. Die bei Amalgamen mit grobkörnigen Ausgangspartikeln oben beschriebenen Verhältnisse scheinen auf Amalgame aus feinkörnigen γ-Partikeln übertragbar zu sein, die mit kurzer Anmischzeit und geringem Stopfdruck hergestellt worden sind.

Bei den aus feinkörnigen Pulvern hergestellten Revalloy- und Dentalloy-Proben ist die Ausbildung der γ_2-Phase in grober und gerichteter Struktur bei kurzen Anmischzeiten wesentlich ausgeprägter als bei den rein grobkörnigen Amalgamen, wobei bei geringerem Stopfdruck größere gerichtete γ_2-Partikel vorliegen als bei höherem Stopfdruck.

Bei dem einheitlich feinkörnigen Standalloy F ist diese ausgeprägt gerichtete Struktur der γ_2-Phase bei kurzen Anmischzeiten nicht gegeben. Bei diesem Amalgam macht sich das Vorliegen einer kurzen Anmischzeit nur durch eine wesentlich gröbere Form der γ_2-Phase bemerkbar.

Die ausgeprägt gerichtete Struktur der γ_2-Partikel bei kurzer Anmischzeit tritt, wie ein Vergleich mit der chemischen Zusammensetzung in der Tabelle 3 zeigt, insbesondere bei Amalgamen auf, die aus Pulvern mit einem erhöhten Zn-Gehalt hergestellt wurden (Revalloy, Dentalloy und evtl. Lumicon). Die Ursache für diese Abhängigkeit kann z. Z. nicht angegeben werden.

Insgesamt gesehen scheint bei den konventionellen Amalgamen die Ausbildung der γ_2-Phase und die Größe der γ-Relikte bei gleichen Cu-Gehalten die Härte bei effektiven Hg-Gehalten > 45 % Hg zu bestimmen. Bei kurzen Anmischzeiten ist einheitlich eine Tendenz zur Vergrößerung der γ_2-Phase gegeben. Die wesentlichen Unterschiede zwischen der Härte bei niedrigem und hohem Stopfdruck bei Amalgamen aus feinkörnigen Ausgangspartikeln sind nur z. T. durch die Ausbildung der Gefügestrukturen bestimmt. Die in Bild 186 dargestellten Abhängigkeiten lassen vermuten, daß bei diesen Amalgamen eine Vielzahl von Hohlräumen zur Verminderung der Härte geführt hat.

Bei den Amalgamen aus ternären, kugelförmigen Partikeln liegt im Untersuchungsbereich eine stetige Abnahme der Härte mit zunehmendem effektiven Hg-Gehalt vor.

Diese Entfestigung des Tytin-Amalgams mit zunehmendem Hg-Gehalt wird insbesondere durch den zunehmenden Gehalt an γ_1-Phase im Gefüge bestimmt. Der Stopfdruck hat bei dem Tytin-Amalgam nur über die abgepreßte Hg-Menge einen Einfluß auf die sich einstellende Härte.

Bei geringeren Anmischzeiten ist wiederum eine Härteabnahme festzustellen, die nicht durch den Gehalt an einzelnen Phasenbestandteilen gebunden ist. Die Gefügestruktur zeigt in diesem Fall miteinander verbundene Gebiete in Form von verzweigten Hohlräumen und unreagierten Ausgangspartikeln.

Bei den ebenfalls hochkupferhaltigen Dispersionsamalgamen liegt ein vom Stopfdruck unabhängiges Härtemaximum im Untersuchungsbereich vor. Die Gefüge sind im Gegensatz zu den konventionellen Amalgamen ohne eine erkennbare Ausbildung der γ_2-Phase. Entscheidend für die Härte der Dispersionsamalgame scheint einerseits eine Verfestigung durch eine zunehmende Verzahnung der einzelnen Partikel ineinander mit eingelagerten harten Cu-Sn-Partikeln und andererseits eine Entfestigung durch den zunehmenden Gehalt an γ_1-Phase zu sein.

Bei einem effektiven Hg-Gehalt von ca. 53 % liegt eine optimale Verteilung der einzelnen Phasenbestandteile vor.

Die Verschiebung des Härtemaximums gegenüber denjenigen der konventionellen Amalgame ist wahrscheinlich durch das Vorliegen von Cu-Sn-Partikeln einerseits, und dem Fehlen der weichen γ_2-Phase andererseits bedingt. Die generell höhere Härte der Dispersionsamalgame gegenüber den konventionellen ist eine Folge der kleinen Cu-Sn-Partikel, die einen Ansatzpunkt für eine Dispersionshärtung der γ_1-Phase geben.

Ein ähnlicher Härtemechanismus ist auch bei den Amalgamen mit ternären Ausgangspartikeln gegeben. Bedingt durch die unterschiedliche Partikelgröße, chemische Zusammensetzung und Phasenmorphologie tritt bei Tytin-Amalgamen mit hoher Wahrscheinlichkeit das Härtemaximum bei tieferen effektiven Hg-Gehalten auf als bei den Dispersionsamalgamen. Geringere An-

mischzeiten als 30 sec haben bei den Dispersionsamalgamen ebenfalls eine Verringerung der Härte zur Folge, die ebenso wie bei den Tytin-Amalgamen im wesentlichen durch gelockerte Strukturen im Gefüge zu erklären ist.

Die in der Literatur [3) 23)] beschriebenen Reaktionsmechanismen beim Abbinden von konventionellem Amalgam in Form von Lösungs- und Diffusionsvorgängen konnten aufgrund der Phasenausbildung bestätigt werden. Die träge Diffusion [23)] des Zinns hat zur Folge, daß die γ_2-Phase bevorzugt innerhalb der γ-Teilchen bzw. Reaktionsspalten erfolgt.

Ausbildung und Größe der γ_2-Partikel lassen ein bevorzugtes Wachsen, ausgehend von bereits vorliegenden Grenzflächen, erwarten. Die innerhalb der γ-Partikel und der γ_1-Phase vorliegenden Cu-Sn-Partikel haben nachweisbar einen erheblichen Einfluß auf die Härte der konventionellen Amalgame. Die feinkörnige und gleichmäßige Verteilung der γ-Phase innerhalb der γ_1-Matrix ergibt bei kleineren Partikeln eine Härtesteigerung gegenüber grobkörnigen γ-Relikten. Es konnte nachgewiesen werden, daß mit steigendem Kupfergehalt bei Amalgamen aus grobkörnigen γ-Partikeln der Einfluß der Größe der Einzelrelikte merklich nachläßt.

Bei den hochkupferhaltigen Amalgamen ist der Reaktionsmechanismus noch nicht ausreichend bekannt. Aufgrund der Gefügestrukturen ist aber anzunehmen, daß bei Dispersionsamalgamen innerhalb des Reaktionsrings die η'-Phase entsteht, also ein Sn-Transport über die feste oder flüssige Phase erfolgt sein muß. Die Ausbildung einzelner η'-Partikel läßt weiterhin eine vorübergehende Bildung von γ_2-Mischkristallen beim Abbindevorgang erwarten.

Bei den Amalgamen mit Partikeln aus einer ternären Ausgangs-

legierung entstehen beim Abbindevorgang neben der γ_1-Phase zusätzlich kleine, vermutlich η'-Partikel. Diese harten und feinen Partikel innerhalb der γ_1-Matrix sind wahrscheinlich für die relativ hohe Härte von Tytin-Amalgamen verantwortlich.

Bei kurzen Anmischzeiten ist bei allen Amalgamen ein Härteabfall festzustellen. Dieser Härteabfall ist metallographisch bei konventionellen Amalgamen durch eine relativ grobe und/oder gerichtete Struktur der γ_2-Mischkristalle zu erkennen. Bei hochkupferhaltigen Amalgamen ist der Härteabfall zumindest beim Tytin-Amalgam durch die inhomogene Verteilung verschieden großer Ausgangspartikel bedingt, die zu einer gelokkerten Struktur der Gefügebestandteile führt. In die Hohlräume zwischen den kleineren Partikeln gelangt wahrscheinlich kein Hg, so daß in diesen Bereichen nach dem Abbindevorgang des Gesamtkörpers Hohlräume vorliegen. Da diese Hohlräume statistisch und fein verteilt auftreten, ist ein Härteabfall auch bei der Prüfung relativ kleiner Probenbereiche -Kleinlast-Härteprüfung- festzustellen.

7. Folgerungen für die Praxis

In bezug auf die Härte von Dentalamalgamen ist es in der Praxis wichtig, daß eine gleichmäßig hohe Härte und Festigkeit an allen Stellen des Füllungskörpers vorliegt. Hierzu ist es zunächst wichtig, eine ausreichende Durchmischung der Amalgampulver mit dem Quecksilber vorzunehmen (z. B. ca. 30 sec im Dentomat).

Da nur in einzelnen Fällen alle Füllungsbereiche mit einem hohen Stopfdruck beaufschlagt werden, sollte für Füllungen ein Amalgam gewählt werden, das auch bei geringem Stopfdruck keinen signifikanten Härteabfall ergibt. Das Mischungsverhältnis ist ebenfalls so einzustellen, daß eine maximale und vom

Stopfdruck unabhängige Härte möglich ist. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Amalgamen auf konventioneller Basis sind bei den üblichen Mischungsverhältnissen von 5 : 5 sowohl bei hohen als auch bei niedrigen Stopfdrucken relativ einheitliche Härtewerte im Bereich zwischen ca. 100 - 120 Vickers-Einheiten erreicht worden.

Bei den hochkupferhaltigen Amalgamen Dispersalloy, Luxalloy und Tytin liegen andere Verhältnisse vor.

Die Dispersionsamalgame lassen bei Mischungen von 5 : 5 bis 5 : 6 Härten im Bereich eines Maximums erwarten, die ebenfalls unabhängig vom Stopfdruck bei etwa 120 - 140 Vickers-Einheiten vorliegen.

Bei den Amalgamen, die aus ternären Ausgangspartikeln bestehen, ist eine maximale und vom Stopfdruck unabhängige Härte bei einem Legierungs-Quecksilber-Verhältnis von 4 : 3 bestimmt worden. Unter der Voraussetzung einer Anmischzeit von 30 sec sind Härtewerte von 160 - 165 Vickers-Einheiten festzustellen. Von allen untersuchten Amalgamen ist mit dem aus ternären Ausgangspartikeln hergestellten Tytin-Amalgam unter den o. a. Bedingungen ein Höchstmaß an Härte zu erreichen. Es ist zu erwarten, daß das Tytin-Amalgam aufgrund seiner Gefügestruktur und Härte auch die geringste Kriechneigung von allen hier vorgestellten Amalgamen besitzt.

Da gleichzeitig keine γ_2-Phase vorliegt, ist auch hinsichtlich der Korrision ein besseres Verhalten zu erwarten als bei konventionellen Amalgamen.

Ein Vergleich der in dieser Arbeit festgestellten, hinsichtlich der Härte einzustellenden Mischungsverhältnisse und Anmischzeiten mit den Herstellerangaben in Tabelle 2 zeigt eine gute Übereinstimmung.

8. Zusammenfassung

Es wurden konventionelle und kupferreiche Amalgame verschiedener Zusammensetzung und Ausgangsmorphologie bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen, Stopfdrucken und Anmischzeiten hergestellt und hinsichtlich der Gefügeausbildung und der vorliegenden Härte untersucht.

Zur Gefügeentwicklung wurden unterschiedliche Verfahren angewandt. Hinsichtlich des erreichbaren Farbkontrastes und unter Berücksichtigung des apparativen Aufwandes hat sich für die Gefügeuntersuchung von Dentalamalgamen die Lichtmikroskopie in Verbindung mit dem Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren zur Kontrastierung der auftretenden Phasen als optimal erwiesen.

Neben den präparativen Ergebnissen dieser Arbeit wurde der Reaktionsmechanismus bei der Amalgamierung diskutiert und die die Härte von Dentalamalgamen beeinflussenden Parameter in Verbindung mit metallopgraphischen und chemischen Untersuchungen beschrieben.

9. Literaturverzeichnis

1) Abbott, J. R. Markinson, O.F.
J. Dent. Res., Vol. 57 (1978), No. 7-8. S. 790 - 795

2) Aldinger, F., Dietrich, R.
Metall 27 (1973), Heft 7, S. 691 - 693

3) Aldinger, F., Schuler, P., Petzow, G.
Z. Metallkunde 67 (1976), Heft 9, S. 625 - 632

4) Böhm, H.
Einführung in die Metallkunde
Bibliographisches Institut AG, Mannheim 1968

5) Back, H., Dietrich, R.
Praktische Metallographie 11 (1974), S. 117 - 123

6) Christ, M. K.
Dissertation, Tübingen 1971

7) Dermann, K.
Dtsch. zahnärztl. Z. 34 (1979), H. 5, S. 395 - 397

8) Dermann, K.
Dtsch. zahnärzt. Z. 33 (1978), H. 2, S. 129 - 131

9) Dermann, K.
Dtsch. zahnärztl. Z. 33 (1978), H. 7, S. 480 - 482

10) Domke, W.
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung
Girardet-Verlag Essen, 1966

11) Ferne, C., Allan, K. A., Peyton, F. A.
J. dent. Res., Vol 44 (1965), No.5, S. 1002 - 1012

12) Gebhardt, E., Petzow, G.
Z. Metallkunde 50 (1959), H. 10, S. 597 - 605

13) Guy, A. G.
Metallkunde f. Ingenieure
Akademische Verlagsgesellschaft Wiesbaden (1976)

14) Jörgensen, K. D.
Amalgame in der Zahnheilkunde
C. Hanser Verlag München, Wien (1977)

15) Kropp, R., Seyfried, A., Riethe, P.
Dtsch. zahnärztl.Z. 32 (1977), H. 11, S. 871 - 877

16) Mahler, D. B.
pers. Mitteilung

17) Markinson, O. F., Abbott, J. R.
J. Biomed. Mater. Res., Vol. 12 (1978), S. 579 - 584

18) Petzow, G.
Metallographisches Ätzen
Gebrüder Borntvoeger Berlin, Stuttgart (1976)

19) Rehberg, H.-J.
pers. Mitteilungen

20) Riethe, P.
Die Quintessenz der Amalgamanwendung
Quintessenz-Verlag, Berlin (1971)

21) Schmalz, G. K. Eurich
Dtsch. zahnärztl. Z. 34 (1979), S. 880 - 884

22) Schuler, P., Dietrich, R.
Praktische Metallographie 13 (1976), S. 2 - 7

23) Schuler, P., Aldinger, F.
Z. Metallkunde 67 (1976), H. 8, S. 541 - 545

24) Vogel, R., Bächstaedt, A.
Z. Metallkunde 48 (1957), H. 6, S. 360 - 366

25) Wing, G., Ryge, G.
J. dent. Res., Vol. 44 (1965), No. 6, S. 1325 - 1333

26) Winterhager, H., Schlösser, W.
Metall 14 (1960), H. 2, S. 93 - 98

27) Winterhager, H., Dreiner, R.
Metall 14 (1960), H. 12, S. 1157 - 1162

28) Winterhager, H., Dreiner, R.
Metall 15 (1961), H. 2, S. 114 - 123

10. A n h a n g

Anmerkung:
Die Vergrößerungsangaben für die im Anhang vorliegenden Bilder beziehen sich auf das Originalformat der Dissertation DIN A 4.

Tabelle 1: Ätzmittel zur Gefügeentwicklung von Amalgamen

Lfd. Nr.	Ätzmittel	Ätzzeit	Bemerkungen	Literaturzitat
1	a) 90 ml dest. H_2O oder Äthylalkohol 96 %ig 10 ml Salzsäure (1,19)	1 - 3 min	für die meisten Amalgame	Petzow [18]
	b) 90 ml des. H_2O, 10 ml 5 %ige wässr. Eisen (III) - chloridlsg. / ml Salzsäure (1,19)	kurz eintauchen	meistens genügt a), Doppelätzung a) + b) soll stärkeren Kontrast ergeben	
2	Eisessig	15 min	Hg-Sn und Hg-Sn-Cu-Legierungen	Petzow [18]
3	100 ml Ammoniaklsg., 25 ml Wasserstoffperoxid 30 %ig (evtl. 100 ml des. H_2O)	sec bis min	Ag-Sn-Hg-Legierungen	Petzow [18]
4	a) 25 ml H_2O, 2 gm KCN, 1 gm J → Spülung mit des. H_2O	5 - 10 sec	Konv. Dentalamalgame (für Dispersalloy anstatt 25 ml → 50 ml H_2O)	Wing`s etch [16) 25]
	b) 25 ml H_2O, 2 ml NH_4OH (konz.) 2 gm $K_3Fe(CN)_6$ → Spülung mit des. H_2O	" " "		
5	a) 100 ml H_2O, 4 gm $K_2Cr_2O_7$, 1 gm KJ → Spülung mit dest. H_2O	20 - 40 sec	konv. Dentalamalgame	Ferne, Allan u. a. [11]
	b) 96 ml Äthylalkohol, 4 gm J → Spülung mit $Na_2S_2O_3 \cdot 5\ H_2O$ gelöst in H_2O → Spülung in H_2O	5 - 10 sec		

Tabelle 1* Ätzmittel zur Gefügeentwicklung von Amalgamen

Lfd. Nr.	Ätzmittel		Ätzzeit	Bemerkungen	Literaturzitat
6	Sodium hydroxide and iodine	5 wt. % NaOH (add 20 wt. % iodine and warm solution)	Swab for 10 sec then immerse specimen in solution for 5 min	Conventional	Abbott, Markinson [1]
7	Sodium hydroxide-iodine solution followed by sodium thiosulfate	(a) 1,25 wt. % NaOH soln., and 5 wt. % iodine (b) 5 wt. % hypo solution	Swab solution (a) for 5–15 sec and solution b) for 5 sec	Dispersed phase Ternary Quaternary	" "
8	Iodine in alcohol followed by "hypo" solution	(a) 4 wt. % iodine in ethyl. alcohol (b) 5 wt. % "hypo" in water	Swab solution (a) for 10–15 sec (5 sec for Sybraloy), Swab soln. (b) for 5–10 sec	Dispersed phase and high Cu ternaries	" "
9	A proprietary $NaHClO_2$ solution followed by "hypo"	(a) To 4 ml. of hypochlorite solution add 0,1 g iodine and heat soln., until pale yellow. (b) 5 wt. % "hypo" in water	Swab solution (a) for 15–20 sec Swab solution (b) for 5–10 sec	High Ag ternaries and quaternary	" "
10 (Sonderfall, Ätzmittel für die γ_2-Phase)	(1) Kodak Special Rapid Developer	Prepared according to manufacturer`s directions (undiluted)	3 min	Etching Solution for the γ_2 Phase	Markinson, Abbott [17]
	(2) Sodium hydroxide	10 wt. % solution	3 min	"	"
	(3) Selenium sulfide (Selsun)	2,5 % (w/v) solution	5–10 min	"	"
	(4) Sodium hydroxide	10 wt. % NaOH solution	3 min	"	"
	(5) Polyvinylpyrrolidone	undiluted	1 min	"	"

Tabelle 2: Herstellerangaben zu den verwendeten Legierungspulvern

Legierungspulver	Hersteller	Packungs-Nr.	Zusammensetzung in Massen %					Anmischverhältnis Pulver: Hg	Anmischzeit (Dentomat) in sec	Spezifikation laut Firmeninformation
			Ag	Sn	Cu	Zn	Hg			
New True Dentalloy R)	S.S. White	387406				*)		1 : 1	f. Dentomat keine Angaben	
Kataloy R)	Degussa	-	70				≤ 1,5	1 : 0,9	30	FDI, Nr. 1
Lumicon R)	Bayer	Ch.-B. 0314 L	68	27		*)		1 : 1	20 - 40	ADA, Nr. 1 (1977) ISO R 1559 BSI 2938 (1961)
Revalloy R)	S.S. White	387407				*)		1:1	f. Dentomat keine Angaben	
Standalloy R)	Degussa	-	68					1 : 1	30	FDI, Nr. 1
Standalloy R) F	Degussa	80327	70				≤ 1,5	1 : 1	30	FDI, Nr. 1
Dispersalloy R)	Johnson & Johnson	-			hoch-Cu-haltiges Pulver	*)		1 : 1	30 - 45	
Luxalloy R)	Degussa	-	70					1 : 1,2	30	FDI, Nr. 1
Tytin R)	S.S. White	207706						1 : 0,77	15	
		.ISO-Norm →	> 65	≤ 29	≤ 6	≤ 2	≤ 3			

*) Zink ist enthalten

Tabelle 3:

Chemische Zusammensetzung der untersuchten Legierungspulver in Massenprozent (Naßchemische Analyse, MPJ-Düsseldorf)

Legierungspulver	% Ag	% Sn	% Cu	% Zn	% Hg *)
Dentalloy®	68,6	26,2	2,5	1.11	1,59
Dispersalloy®	67,9	17,7	11,1	1,09	2,21
Katalloy®	68,2	26,3	3,1	0,15	2,25
Lumicon®	64,9	26,8	4,2	0,73	3,37
Luxalloy®	69,1	17,7	10,6	< 0,01	2,6
Revalloy®	68,1	26,8	2,9	0,99	2,1
Standalloy®	66,1	25,7	5,0	< 0,01	3,2
Standalloy® F	69,4	26,1	3,4	0,05	1,05
Tytin®	58,0	28,0	12,1	< 0,01	1,9

*) Der Hg-Gehalt wurde entsprechend:

$$100 - [\% \text{ Ag} + \% \text{ Sn} + \% \text{ Cu} + \% \text{ Zn}] = \% \text{ Hg} \qquad \text{Gl. (1)}$$

bestimmt.

Tabelle 4: Herstellungsparameter, chemische Zusammensetzung und Vickers-Härte der Probekörper

Blatt 1

Proben Nr.	Legierungspulver	Mischungsverhältnis Pulver/Hg	Quecksilber-Gehalt der Mischungen in % ohne	mit Berücksichtigung des Pulver Hg's	Stopfdruck in N/mm²	Anmischzeit (Dentomat) in sec	Chemische Zusammensetzung in Massenprozent % Ag	% Sn	% Cu	% Zn	% Hg	Vickers-Härte (gerundet auf volle Einheiten) arith. Mittel	Standardabweichung
55	Dentalloy	5:5	50	50,8	15	30	36,3	13,4	1,4	0,6	48,3	HV 1 = 126	± 0
54	"	"	"	"	2	30	33,2	12,7	1,3	0,6	52,2	" 119	± 11
53	"	"	"	"	15	5	36,3	13,4	1,4	0,6	48,3	" 96	± 5
56	"	"	"	"	2	5	33,2	12,9	1,3	0,6	52,0	" 73	± 5
45	Dispersalloy	5:5	50	51,1	15	30	30,8	9,6	5,7	0,6	53,3	HV 1 = 137	± 6
49	"	"	"	"	2	30	31,2	8,1	5,7	0,5	54,5	HV 1 = 131	± 6
51	"	"	"	"	15	5	31,1	8,5	5,3	0,5	54,6	HV 1 = 100	± 6
52	"	"	"	"	2	5	31,3	8,6	6,0	0,5	53,6	HV 1 = 60	± 3
47	"	4:3	42,9	44,1	15	30	40,6	10,3	6,7	0,7	41,7	HV0,5= 103	± 7
48	"	"	"	"	2	30	38,5	10,0	6,5	0,6	44,4	HV 1 = 110	± 13
46	"	5:7	58,3	59,3	15	30	32,3	8,9	5,7	0,5	52,6	HV 1 = 145	± 10
50	"	"	"	"	2	30	30,0	7,9	5,0	0,5	56,6	HV 1 = 119	± 2
13	Katalloy	5:5	50	51,1	15	30	42,1	16,0	1,8	0	40,1	HV0,5= 108	± 4
15	"	"	"	"	2	30	44,9	13,1	1,6	0	40,4	" = 102	± 4
14	"	"	"	"	15	5	36,8	15,5	1,8	0	45,9	" = 84	± 8
16	"	"	"	"	2	5	32,4	12,1	1,5	0	54,0	" = 81	± 6
20	"	4:3	42,9	44,1	15	30	40,5	15,4	1,8	0	42,3	" = 115	± 4
17	"	"	"	"	2	30	37,1	14,1	1,7	0	47,1	HV 1 = 92	± 3
19	"	5:7	58,3	59,3	15	30	39,8	15,2	1,7	0	43,3	HV0,5= 100	± 2
18	"	"	"	"	2	30	33,4	12,7	1,5	0	52,4	HV0,5= 83	± 6

Tabelle 4: Herstellungsparameter, chemische Zusammensetzung und Vickers-Härte der Probekörper

Blatt 4

Proben Nr.	Legierungspulver	Mischungsverhältnis Pulver/Hg	Quecksilber-Gehalt der Mischungen in % ohne	mit Berücksichtigung des Pulver Hg's	Stopfdruck in N/mm²	Anmischzeit (Dentomat) in sec	Chemische Zusammensetzung in Massenprozent % Ag	% Sn	% Cu	% Zn	% Hg	Vickers-Härte (gerundet auf volle Einheiten) arith. Mittel	Standardabweichung
31	Lumicon	5:5	50	51,7	15	30	34,8	14,3	2,3	0,4	48,2	HV 0,5 = 107	± 9
26	"	"	"	"	2	30	30,4	13,2	2,0	0,4	54	HV 0,5 = 104	± 10
27	"	"	"	"	15	5	33,4	14,0	2,2	0,4	50	HV 0,5 = 90	± 8
30	"	"	"	"	2	5	30,5	13,2	2,0	0,4	53,9	HV 0,5 = 91	± 6
28	"	4:3	42,9	44,8	15	30	34,9	14,9	2,3	0,4	47,5	HV 0,5 = 106	± 7
29	"	"	"	"	2	30	36,4	15,3	2,4	0,4	45,5	HV 0,5 = 111	± 10
32	"	5:7	58,3	59,8	15	30	32,9	13,9	2,2	0,5	50,5	HV 0,5 = 103	± 4
25	"	"	"	"	2	30	26,6	11,9	1,9	0,4	59,2	HV 1 = 96	± 2
22	Luxalloy	5:5	50	51,3	15	30	34,9	9,3	6,0	0	49,8	HV 1 = 130	± 7
21	"	"	"	"	2	30	28,8	8,6	5,6	0	57	HV 0,5= 122	± 5
24	"	"	"	"	15	5	31,9	7,8	5,8	0	54,5	HV 0,5 = 116	± 7
23	"	"	"	"	2	5	32,4	8,8	6,2	0	52,6	HV 0,5 = 105	± 5
36	Revalloy	5:5	50	51	15	30	34,2	13,6	1,5	0,5	50,2	HV 0,5 = 116	± 3
33	"	"	"	"	2	30	33,6	12,7	1,5	0,5	51,7	" = 103	± 5
34	"	"	"	"	15	5	33,7	12,2	1,5	0,5	52,1	HV 1 = 96	± 10
35	"	"	"	"	2	5	32,9	12,3	1,4	0,5	52,9	HV 0,5 = 64	± 4
12	Standalloy	5:5	50	51,6	15	30	34,4	14,9	2,8	0	47,9	HV 0,5 = 119	± 7
9	"	"	"	"	2	30	33,2	13,8	2,5	0	50,5	" = 106	± 5
7	"	"	"	"	15	5	33,9	15,2	2,6	0	48,3	" = 98	± 4
10	"	"	"	"	2	5	31,6	12,7	2,4	0	53,3	" = 92	± 1
6	"	4:3	42,9	44,7	15	30	37,2	15,5	2,8	0	44,5	" = 115	± 3
11	"	"	"	"	2	30	37,3	14,4	2,8	0	45,5	" = 90	± 3
8	"	5:7	58,3	59,7	15	30	35,6	14,8	2,8	0	46,8	" = 131	± 3
5	"	"	"	"	2	30	29,4	11,1	2,3	0	57,2	" = 97	± 10

Tabelle 4: Herstellungsparameter, chemische Zusammensetzung und Vickers-Härte der Probekörper

Blatt 3

Proben Nr.	Legierungspulver	Mischungsverhältnis Pulver/Hg	Quecksilber-Gehalt der Mischungen in % ohne	mit Berücksichtigung des Pulver Hg's	Stopfdruck in N/mm²	Anmischzeit (Dentomat) in sec	Chemische Zusammensetzung in Massenprozent*) % Ag	% Sn	% Cu	% Zn	% Hg	Vickers-Härte (gerundet auf volle Einheiten) arith. Mittel	Standardabweichung
1	Standalloy F	5:5	50	50,5	15	30	36,4	13,3	1,8	0	48,5	HV 0,5 = 113	± 3
4	"	"	"	"	2	30	34,4	14,3	1,7	0	49,6	" = 115	± 4
2	"	"	"	"	15	5	33,4	13,2	1,7	0	51,7	" = 101	± 3
3	"	"	"	"	2	5	32,2	12,6	1,6	0	53,4	" = 78	± 5
43	Tytin	5:5	50	51	15	30	31,6	16,7	7,1	0	44,6	HV 1 = 154	± 8
41	"	"	"	"	2	30	29,2	14,1	6,3	0	50,4	" = 128	± 2
44	"	"	"	"	15	5	31,3	15,6	7,3	0	45,6	" = 122	± 5
39	"	"	"	"	2	5	28,3	14,5	6,3	0	50,9	" = 106	± 3
40	"	4:3	42,9	44	15	30	32,6	16,0	7,1	0	44,3	" = 163	± 4
37	"	"	"	"	2	30	32,5	13,9	6,8	0	46,8	" = 167	± 7
42	"	5:7	58,3	59,1	15	30	29,5	15,6	6,9	0	48,0	" = 151	± 6
38	"	"	"	"	2	30	26,9	14,1	6,2	0	52,8	" = 113	± 5

*) MPJ-Düsseldorf

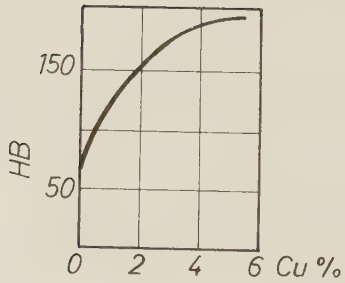


Bild 1
Brinellhärte der γ-Phase des Silber-Zinn-Systems, die mit zunehmenden Kupfermengen legiert ist.
Nach Stenbeck, 1950 aus [14]

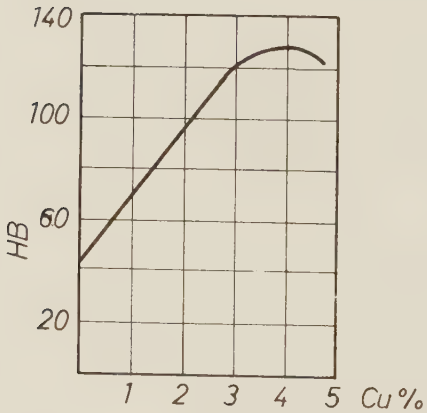


Bild 2
Einfluß des Kupfergehaltes auf die Härte von Amalgamen; der Zinngehalt des Alloy beträgt konstant 27 %, der Kondensierungsdruck 2 kp/m
Nach Stenbeck, 1950 aus [14]

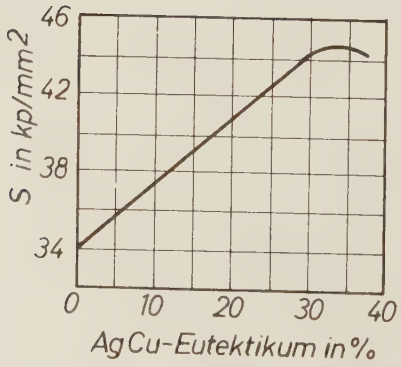


Bild 3
Abhängigkeit der Druckbruchfestigkeit vom Zusatz an Silber-Kupfer-eutektikumpulver zu Typ 1 Alloypulver (die Pulvermischung ist Typ 5). Die Menge Eutektikumpulver ist in Gew. % der Mischung angegeben. Nach Innes und Youdelis, 1963 aus [14]

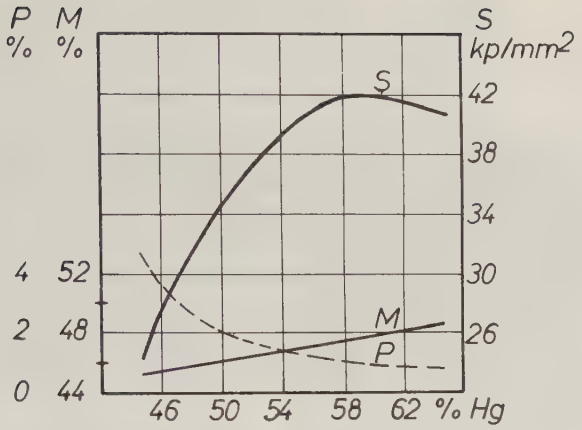


Bild 4
Einfluß des primären Quecksilbergehaltes auf die Bruchfestigkeit (S), die Porosität (P) und den endgültigen Quecksilbergehalt (M) eines Amalgams. Jørgensen u. a., 1966 aus [14)]

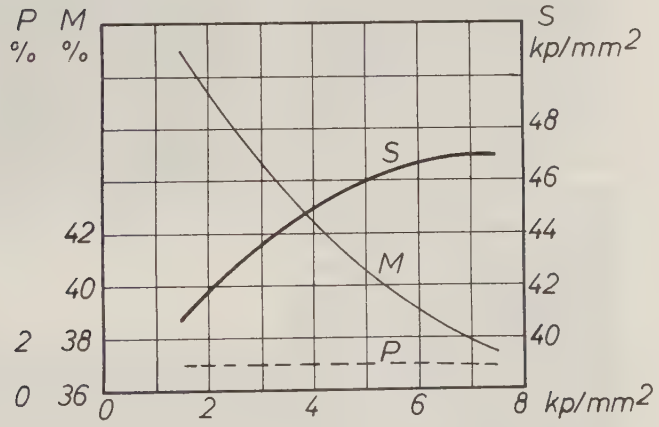


Bild 5
Einfluß des Kondensierungsdruckes auf die Bruchfestigkeit (S), die Porosität (P) und den Quecksilbergehalt (M) eines Amalgams. Jørgensen u. a., 1966 aus [14)]

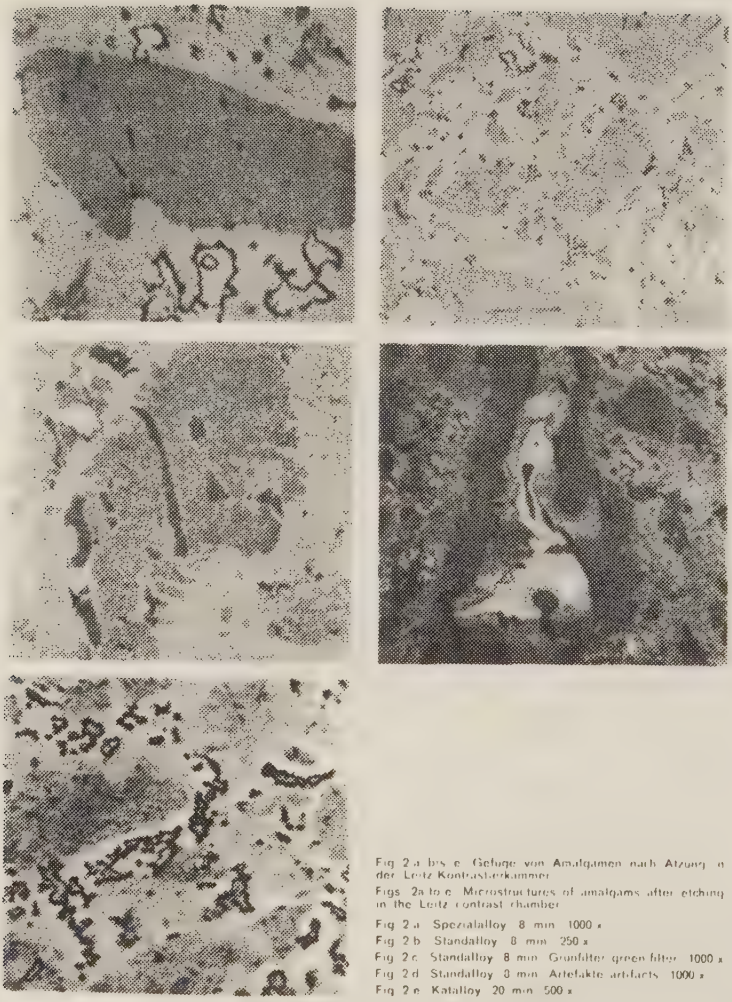


Fig 2 a bis e Gefüge von Amalgamen nach Atzung in der Leitz Kontrastierkammer

Figs 2a to e Microstructures of amalgams after etching in the Leitz contrast chamber

Fig 2 a Spezialalloy 8 min 1000 x
Fig 2 b Standalloy 8 min 250 x
Fig 2 c Standalloy 8 min Grünfilter green filter 1000 x
Fig 2 d Standalloy 8 min Artefakte artifacts 1000 x
Fig 2 e Katalloy 20 min 500 x

Bild 6
Gefügeentwicklung von Amalgamen mittels Interferenz-Aufdampfschicht-Verfahren [5)]

Im Original ➡ Farbbild

500:1

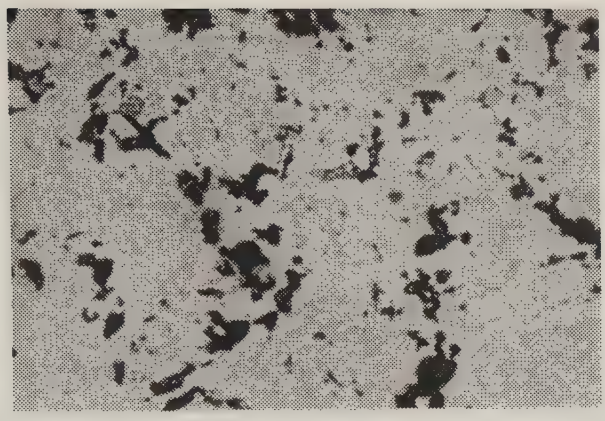


Bild 111
Probe 54
(5:5, 2 N/mm^2, 30 sec)
119 HV 1
52,2 % Hg

500:1

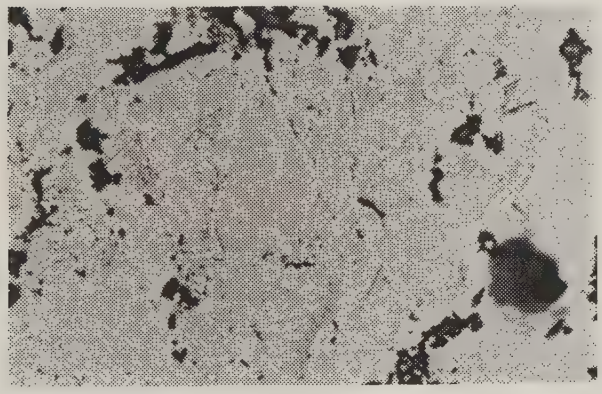


Bild 112
Probe 53
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
96 HV 1
48,3 % Hg

500:1

Bild 113
Probe 56
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
73 HV 1
52,0 % Hg

Bilder 111 - 113
Dentalloy - Amalgam, poliert

200:1

Bild 107
Probe 55 (5:5,15 N/mm^2, 30 sec) poliert
126 HV 1, 48,3 % Hg

200:1

Bild 109
Probe 53 (5:5,15 N/mm^2, 5 sec) poliert
96 HV 1, 48,3 % Hg

200:1

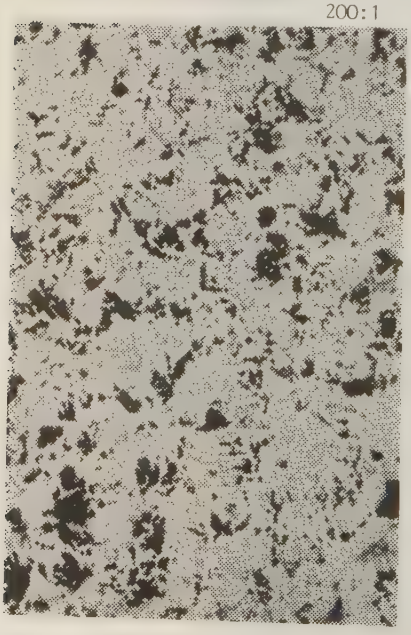


Bild 108
Probe 54 (5:5,2 N/mm^2, 30 sec) poliert
119 HV 1, 52,2 % Hg

200:1

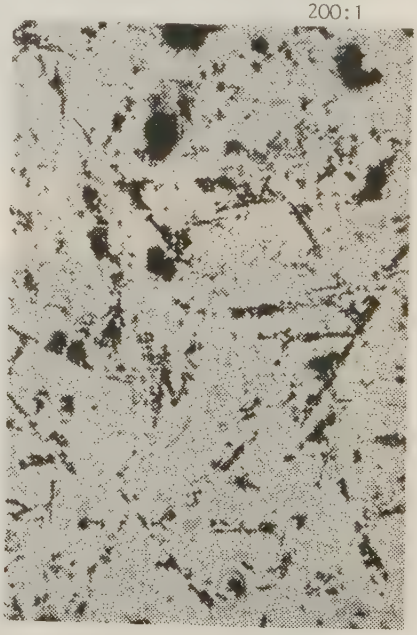


Bild 110
Probe 56 (5:5,2 N/mm^2, 5 sec) poliert
73 HV 1, 52 % Hg

Bilder 107 - 110
Dentalloy - Amalgam

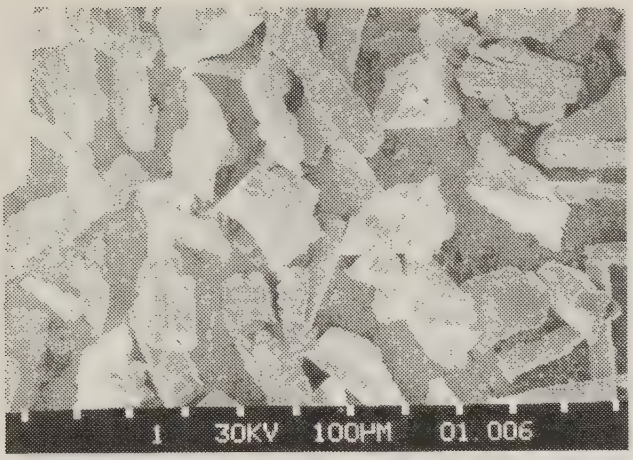


Bild 8
Katalloy
100 : 1

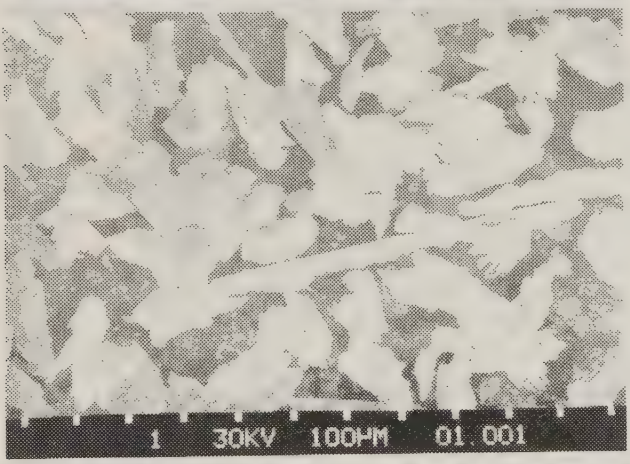


Bild 9
Standalloy
100 : 1

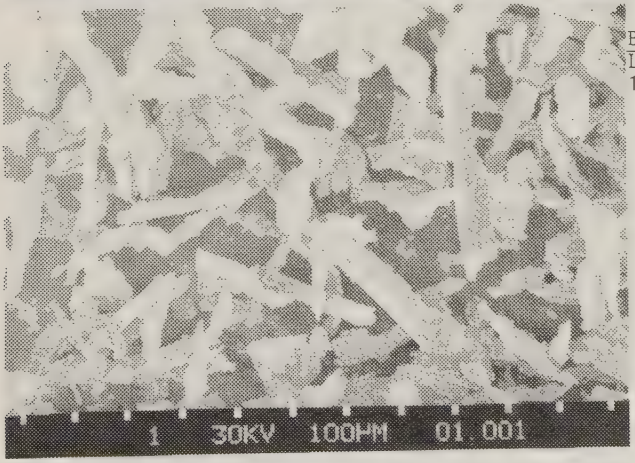


Bild 10
Lumicon
100 : 1

Bilder 8 - 10
Morphologie verschiedener konventioneller Legierungspulver
(REM-Aufnahmen)

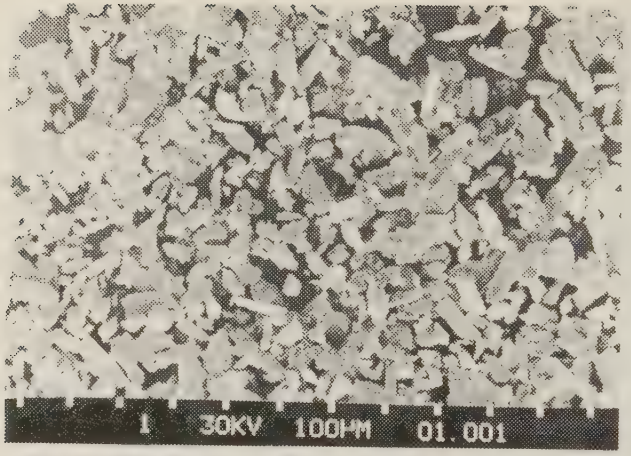


Bild 11
Dentalloy
100 : 1

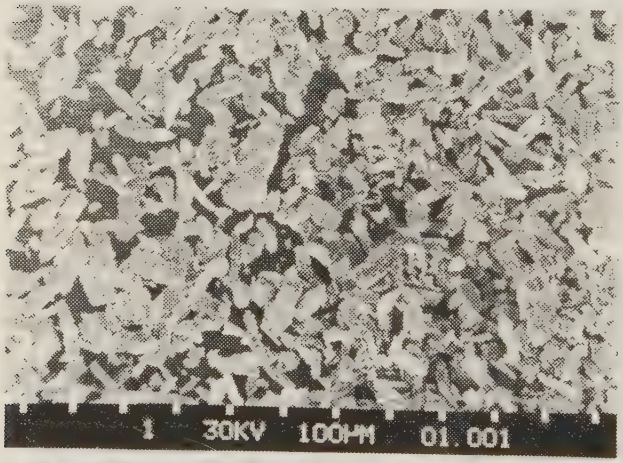


Bild 12
Revalloy
100 : 1

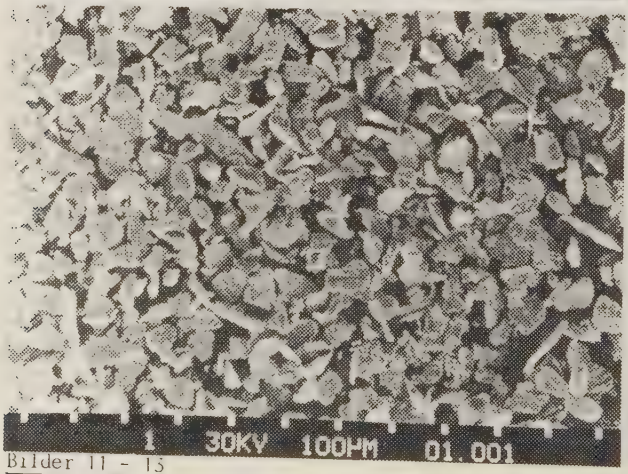


Bild 13
Standalloy F
100 : 1

Bilder 11 - 13
Morphologie verschiedener konventioneller Legierungspulver
(REM-Aufnahmen)

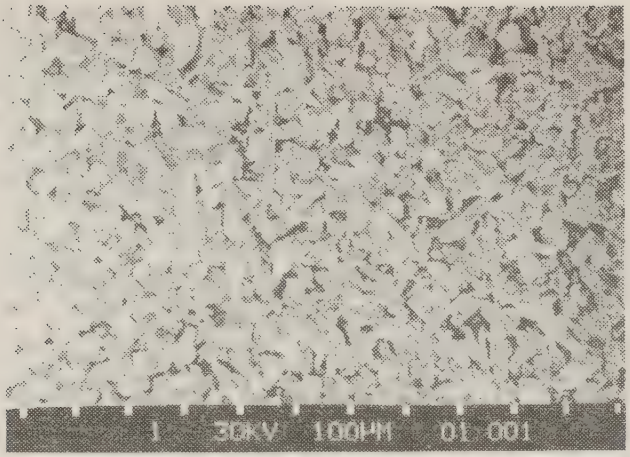


Bild 14
Dispersalloy
100 : 1

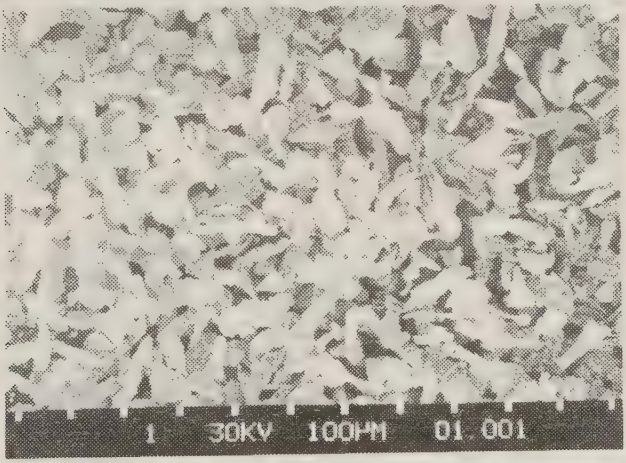


Bild 15
Luxalloy
100 : 1

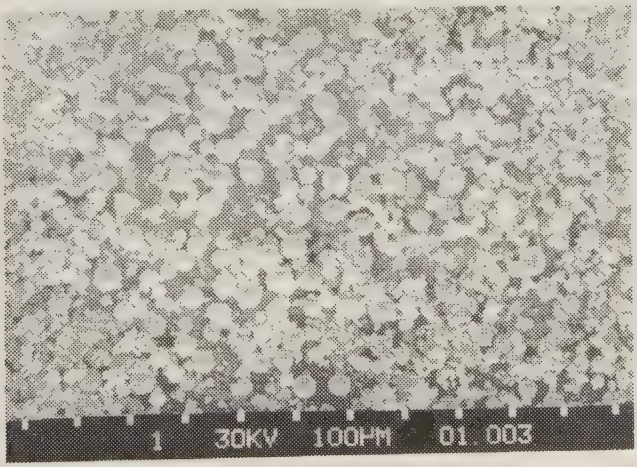


Bild 16
Tytin
100 : 1

Bilder 14 - 16
Morphologie verschiedener hochkupferhaltiger Legierungspulver (REM-Aufnahmen)

100 : 1

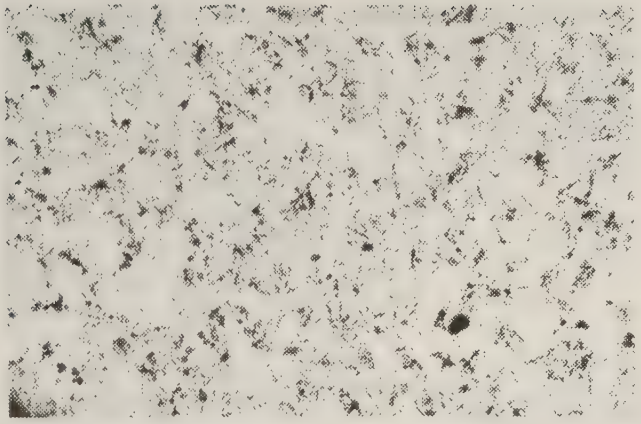


Bild 17 poliert

100 : 1

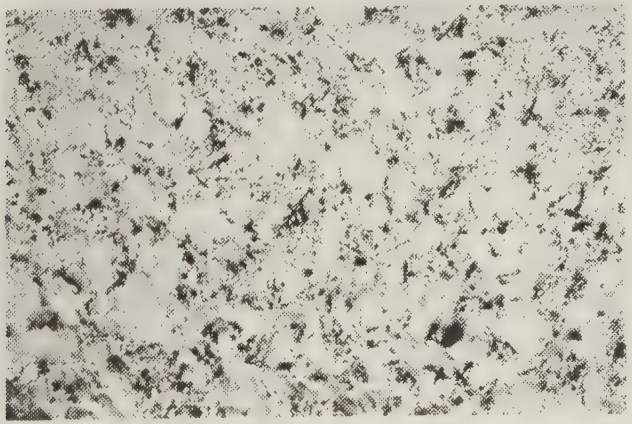
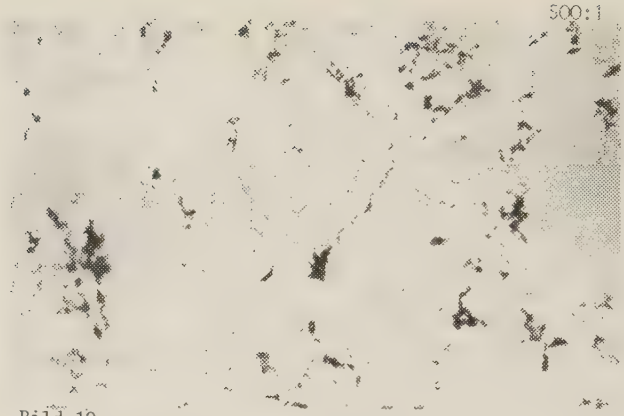


Bild 18 poliert
Schrägfeldbeleuchtung

Bilder 17 - 18
Gefügeausbildung eines Lumicon-Amalgams (Probe 31)
107 HV 0,5
48,2 % Hg



Katalloy-Amalgam
(Probe 20)
115 HV 0,5
42,3 % Hg

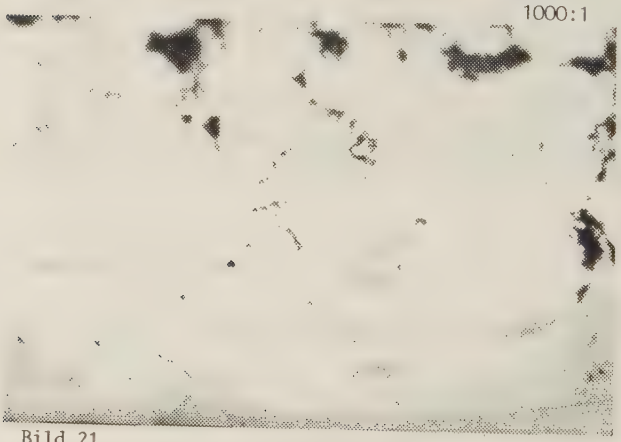
Bild 19

poliert

Dentalloy-Amalgam
(Probe 55)
126 HV 1
48,3 % Hg

Bild 20

poliert



Standalloy-Amalgam
(Probe 10)
92 HV 0,5
53,3 % Hg

Bild 21

poliert

100:1

Bild 22 poliert

100:1

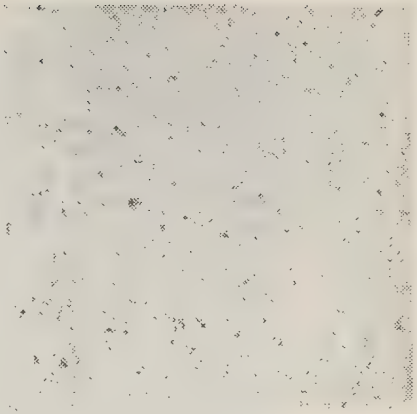


Bild 24 poliert

500:1

Bild 23 poliert

500:1

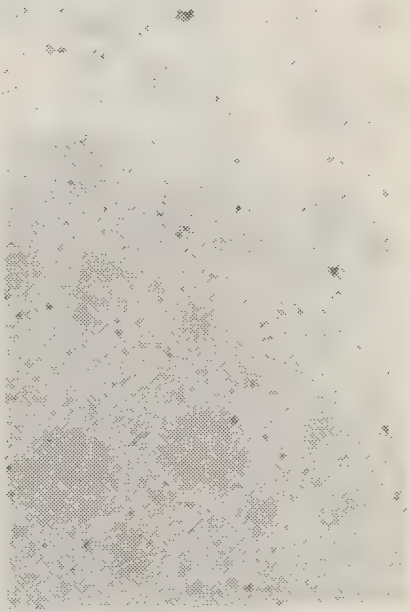


Bild 25 poliert

Bilder 22 und 23
Dispersalloy-Amalgam
(Probe 45)
137 HV 1
53,3 % Hg

Bilder 24 und 25
Tytin-Amalgam
(Probe 43)
154 HV 1
44,6 % Hg

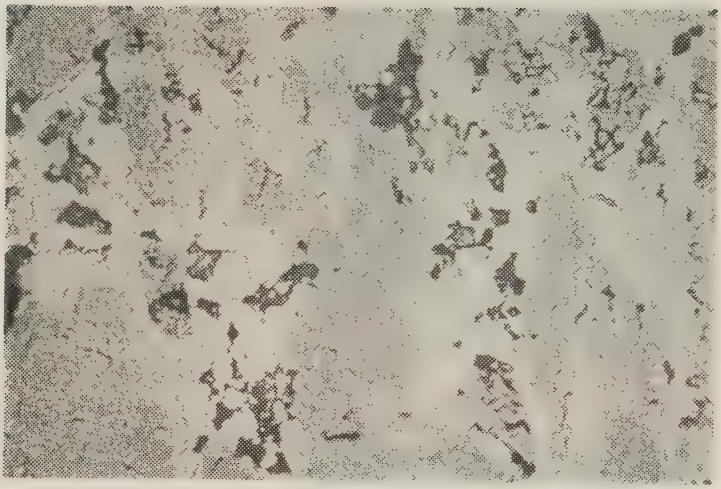


Bild 26
Katalloy-Amalgam
Probe 13
108 HV 0,5, 40,1 % Hg

Interferenz

575 : 1

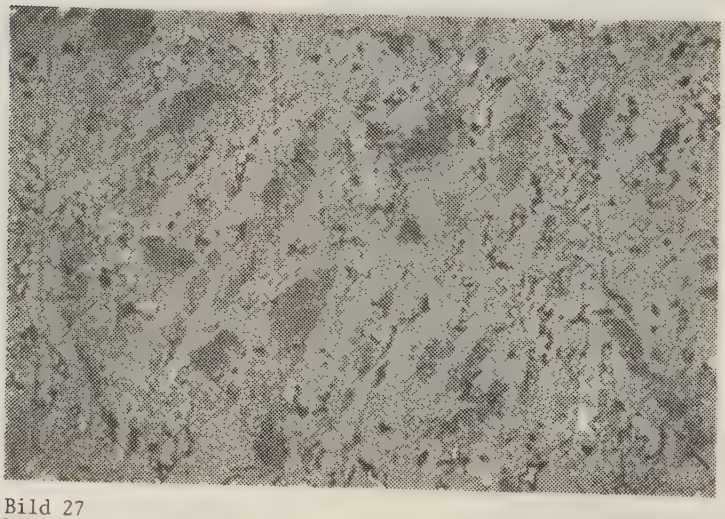


Bild 27
Standalloy F-Amalgam
Probe 4
115 HV 0,5, 49,6 % Hg

Interferenz

Im Original—Farbbilder

575 : 1

Bild 28
Dispersalloy-Amalgam
Probe 45
137 HV 1, 53,3 % Hg

Interferenz

575 : 1

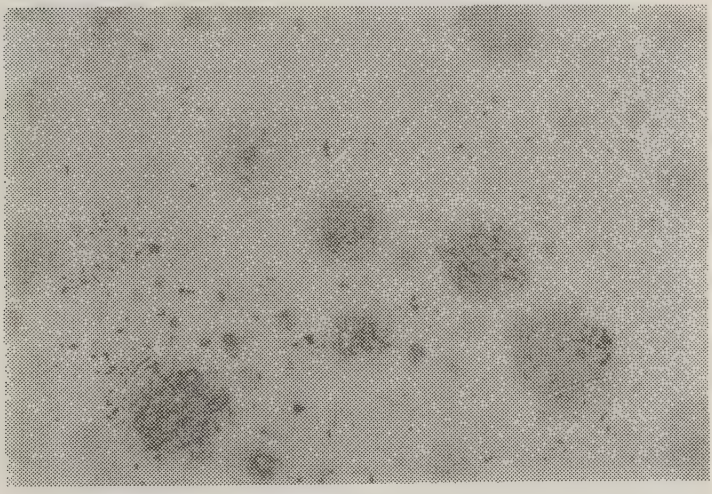


Bild 29
Tytin-Amalgam
Probe 43
154 HV 1, 44,6 % Hg

Interferenz

Im Original → Farbbilder

100 : 1

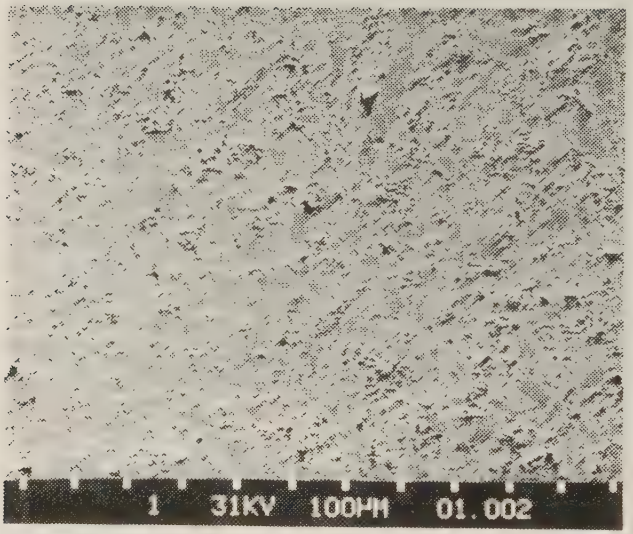


Bild 30

1000 : 1

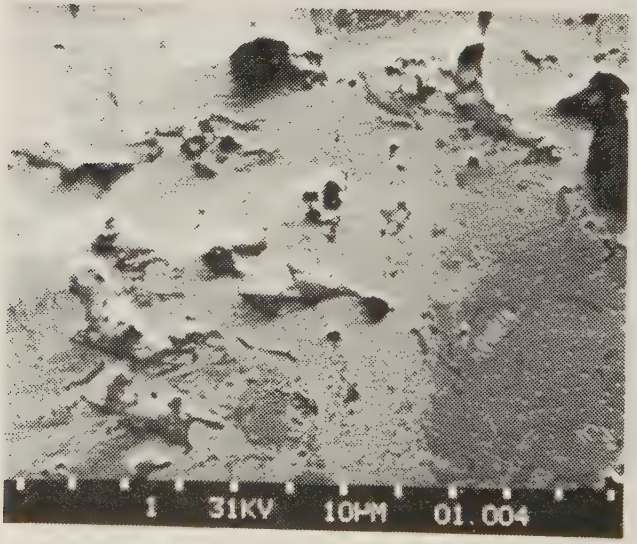


Bild 31

Bilder 30 - 31
Gefügestruktur eines Lumicon-Amalgams im Rasterelektronenmikroskop (REM>20°)
Probe 32
103 HV 0,5, 50,5 % Hg

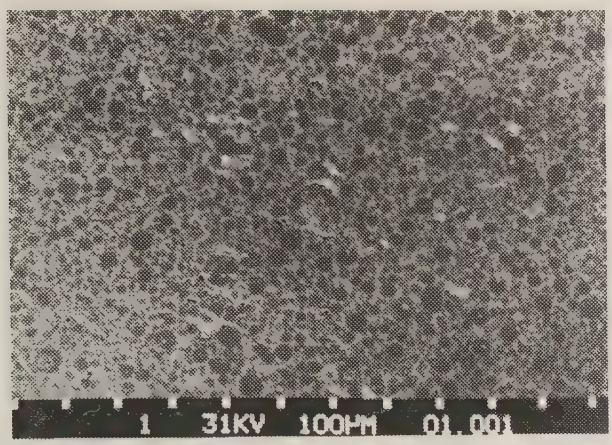


Bild 32
100 : 1

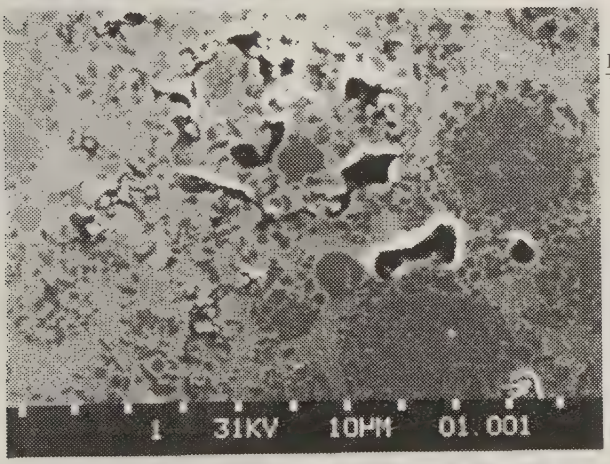


Bild 33
1000 : 1

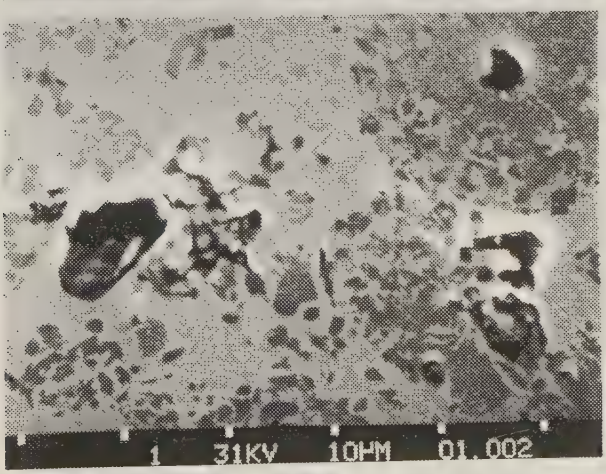


Bild 34
2000 : 1

Bilder 32 - 34
Gefügestruktur von Tytin-Amalgam im Rasterelektronenmikroskop (REM)
Probe 42
151 HV 1, 48,0 % Hg

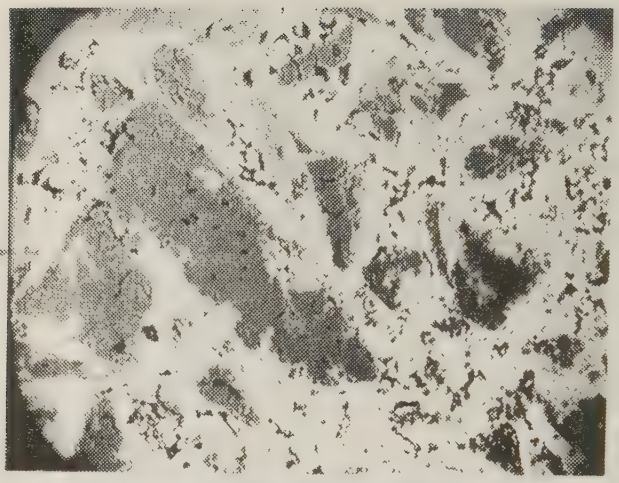


Bild 35

Rückgestreute Elektronen

Bild 36

Röntgenbild Quecksilber

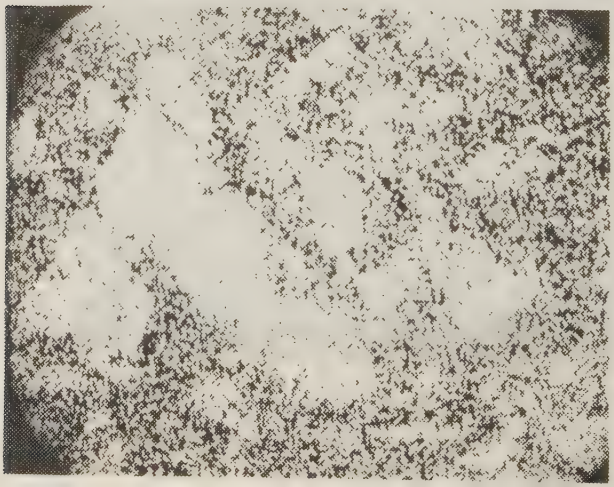


Bild 37

Röntgenbild Silber

Bild 38

Röntgenbild
Zinn

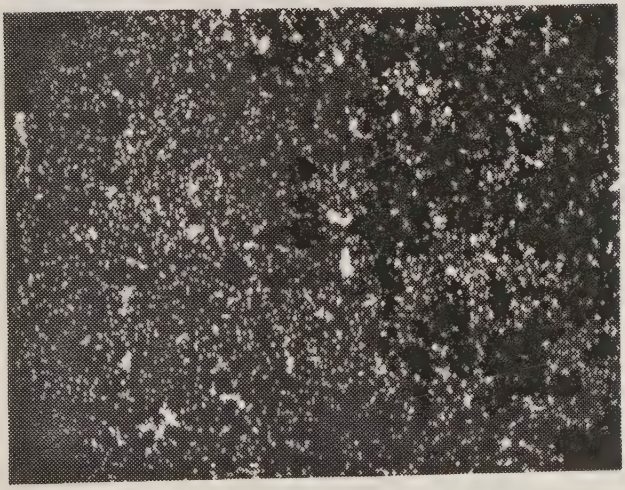
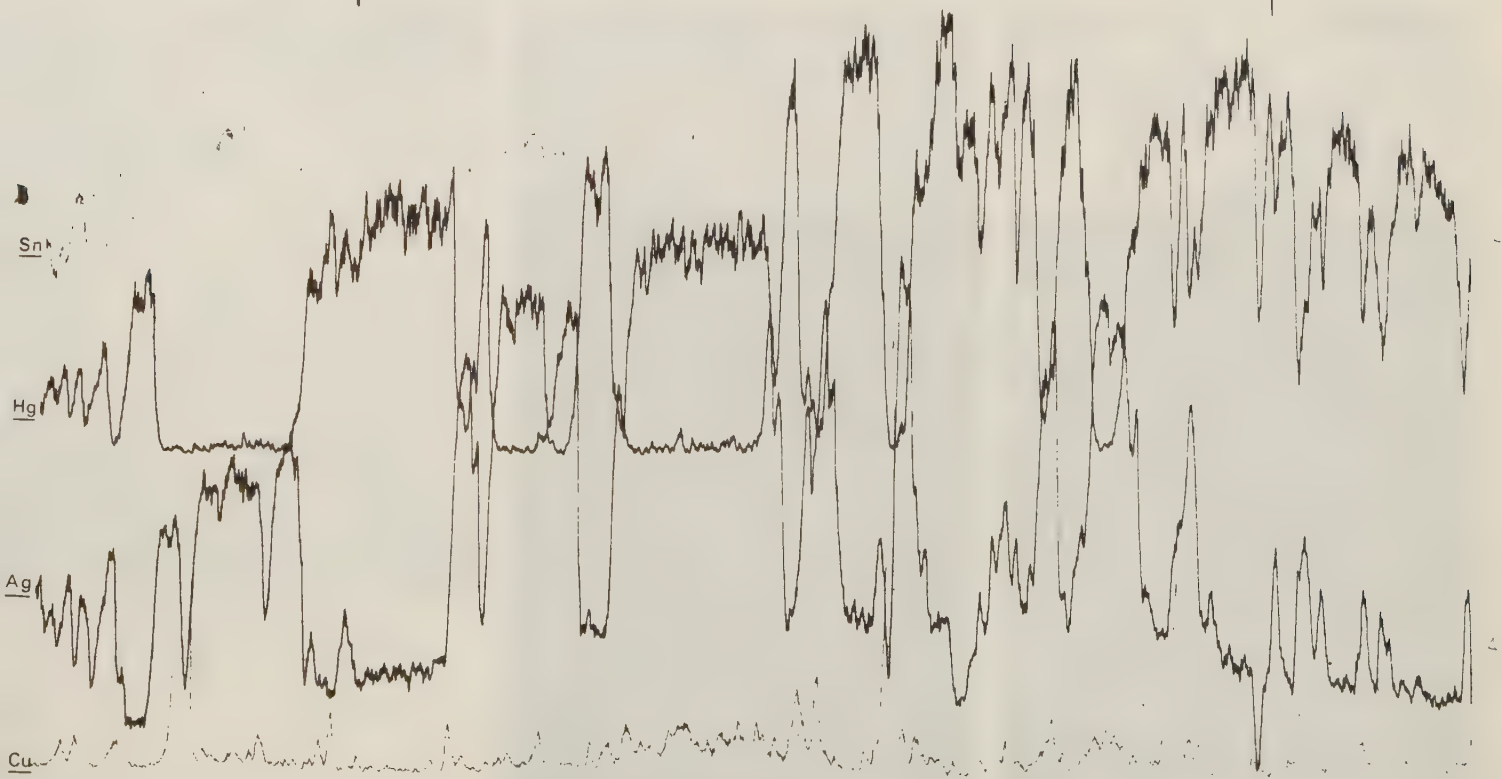


Bild 39

Röntgenbild
Kupfer

Bilder 35 - 39 : Mikrosondensignale einer Katalloy-Amalgam-Probe (Probe 2o), 500 x

Bild 40 : Line-scan des Bildausschnittes Bild 35 (Probe 20)
Natalloy-Amalgam
250 µm Bildausschnitt



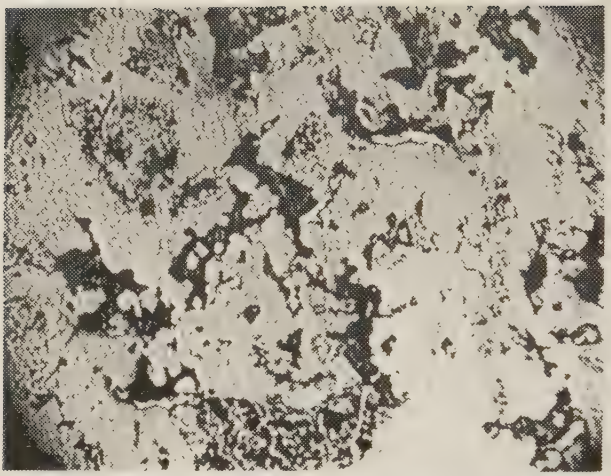


Bild 41

Rückgestreute Elektronen

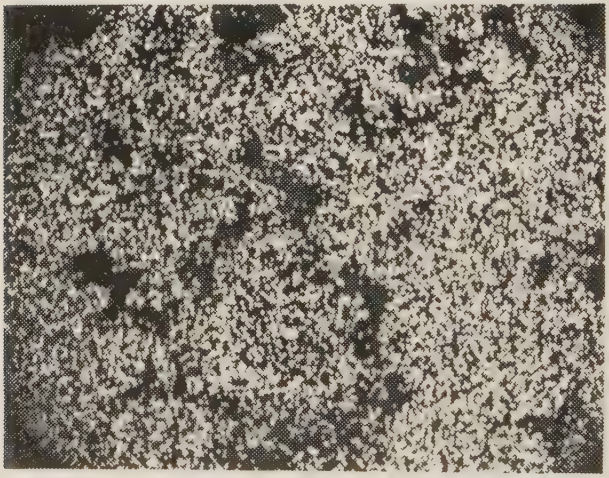


Bild 42

Röntgenbild Quecksilber

Bild 43

Röntgenbild Silber

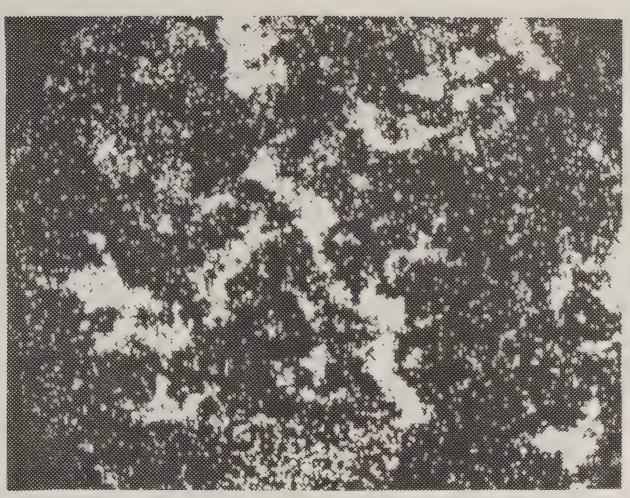


Bild 44

Röntgenbild
Zinn

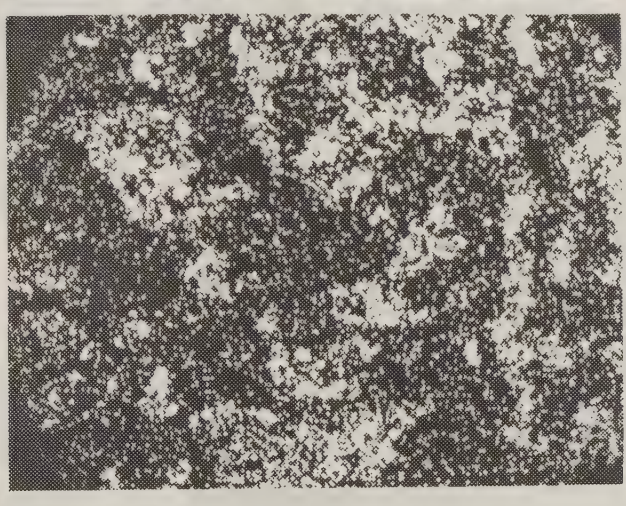


Bild 45

Röntgenbild
Kupfer

Bilder 41 - 45: Mikrosondensignale einer Lumicon-Amalgam-Probe (Probe 25), 500 x

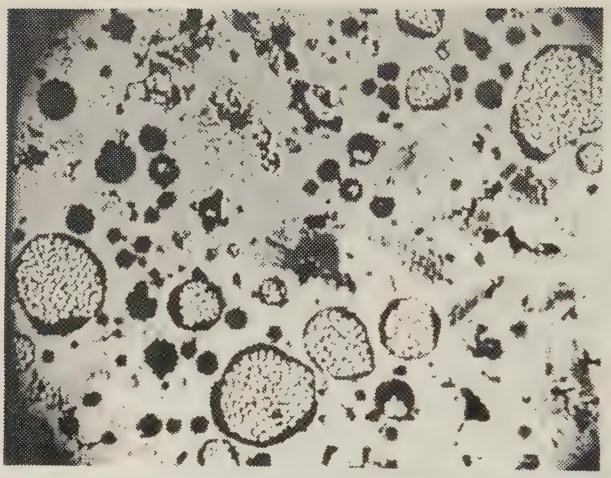


Bild 46

Rückgestreute Elektronen

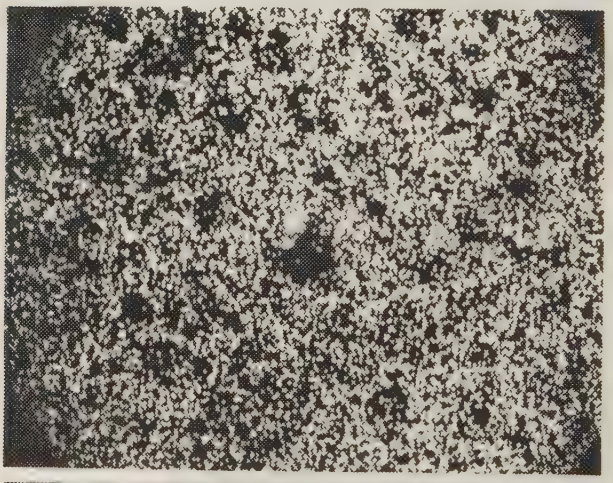


Bild 47

Röntgenbild Quecksilber

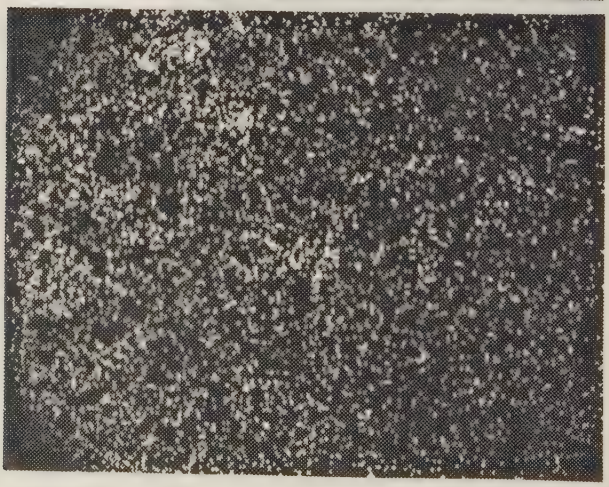


Bild 48

Röntgenbild Silber

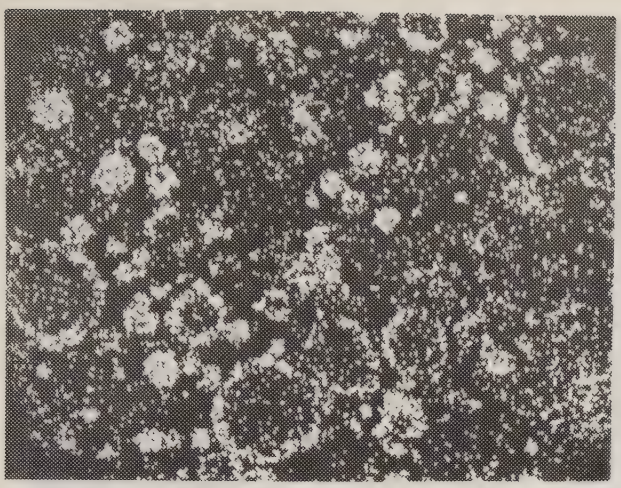


Bild 49

Röntgenbild
Zinn

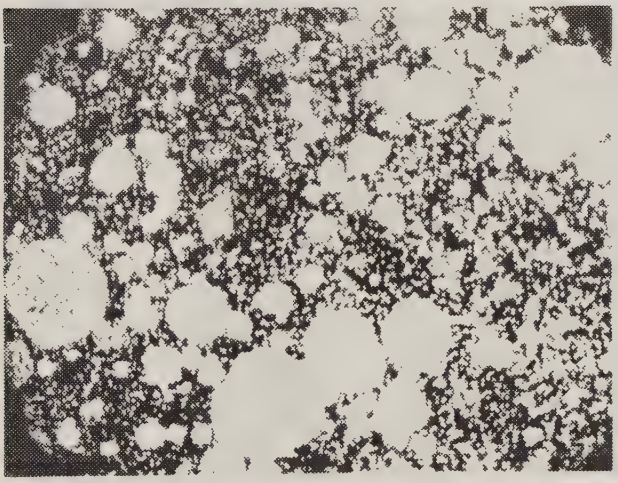


Bild 5o

Röntgenbild
Kupfer

Bild 51

Röntgenbild
Zink

Bilder 46 - 51 :

Mikrosondensignale
einer Dispersalloy-
Amalgam-Probe
(Probe 5o), 500 x

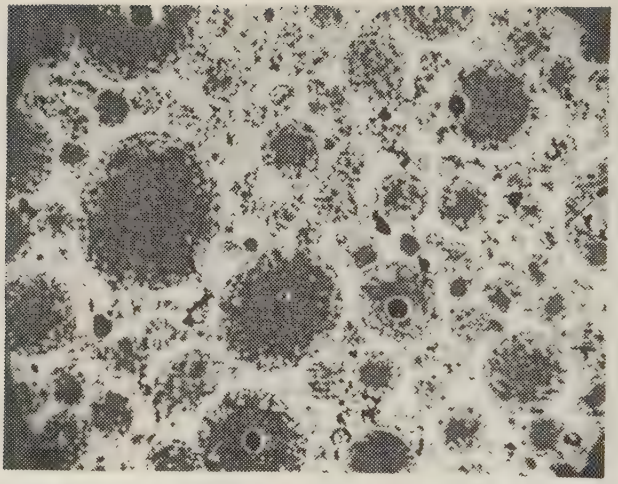


Bild 52

Rückgestreute Elektronen

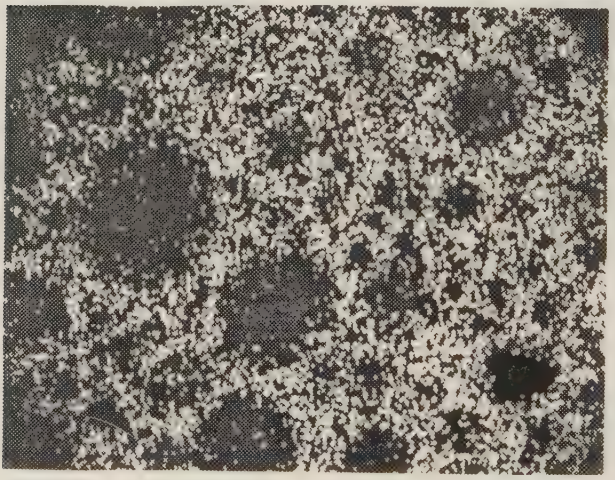


Bild 53

Röntgenbild Quecksilber

Bild 54

Röntgenbild Silber

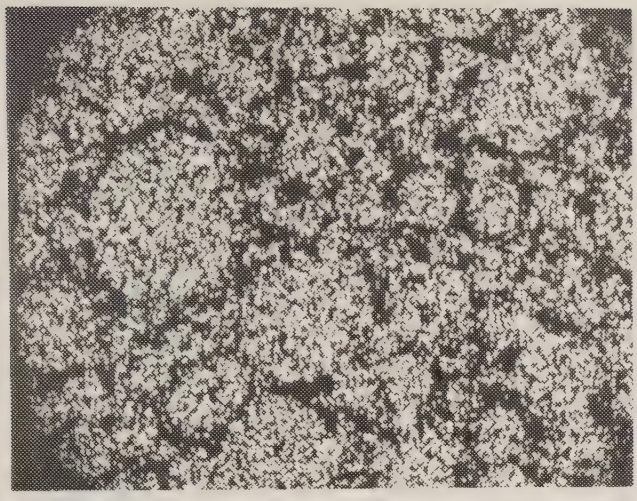


Bild 55

Röntgenbild
Zinn

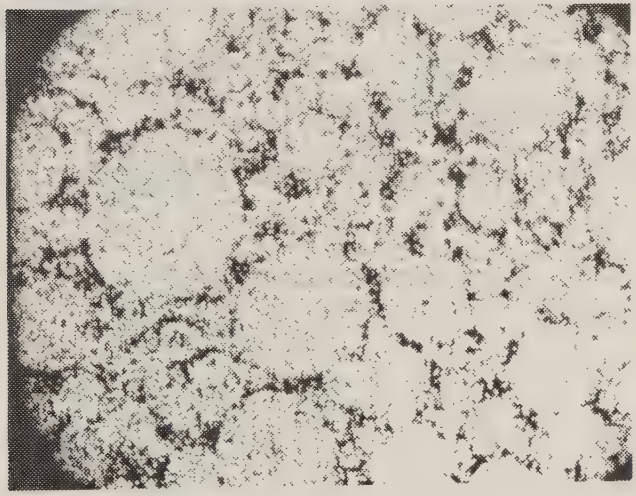


Bild 56

Röntgenbild
Kupfer

Bilder 52 - 56: Mikrosondensignale einer Tytin-Amalgam-Probe (Probe 4o). 500 x

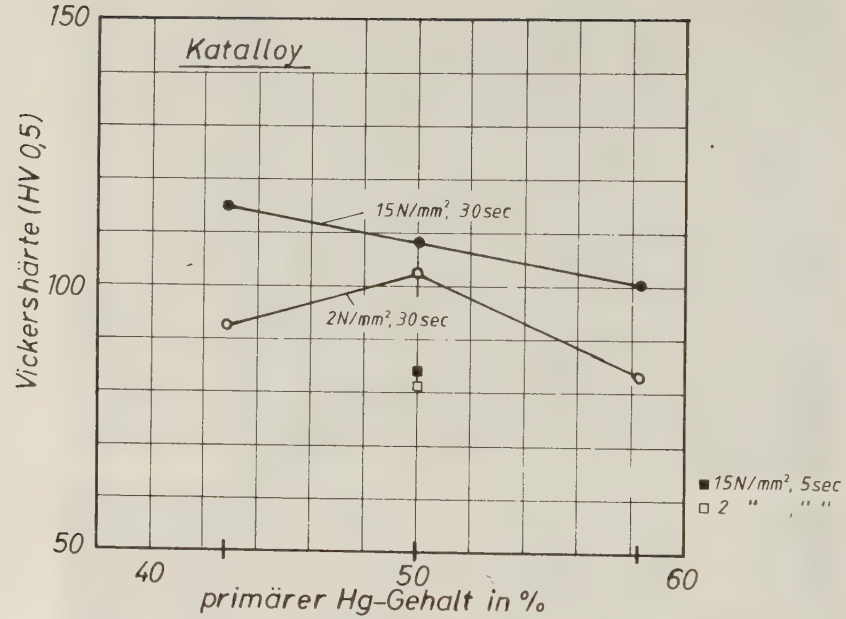


Bild 57a Amalgamharte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

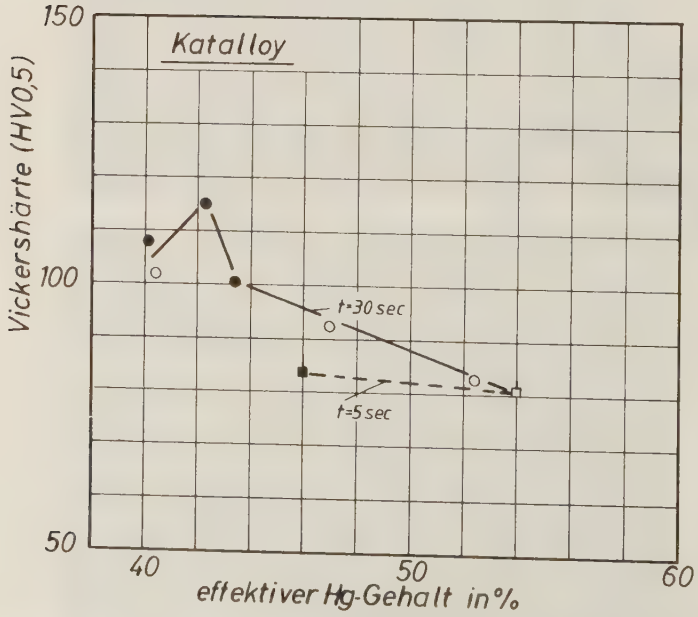


Bild 57b Amalgamharte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

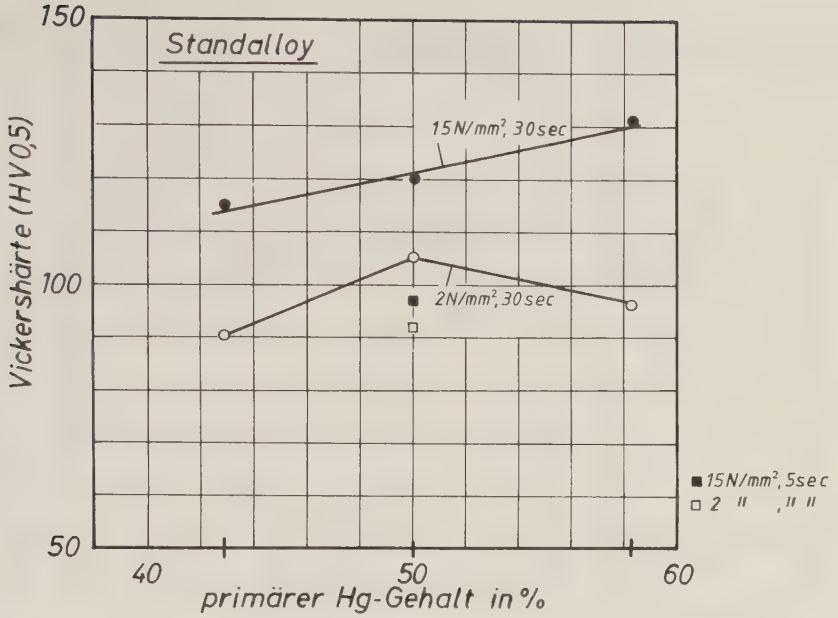


Bild 58a Amalgamhärte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

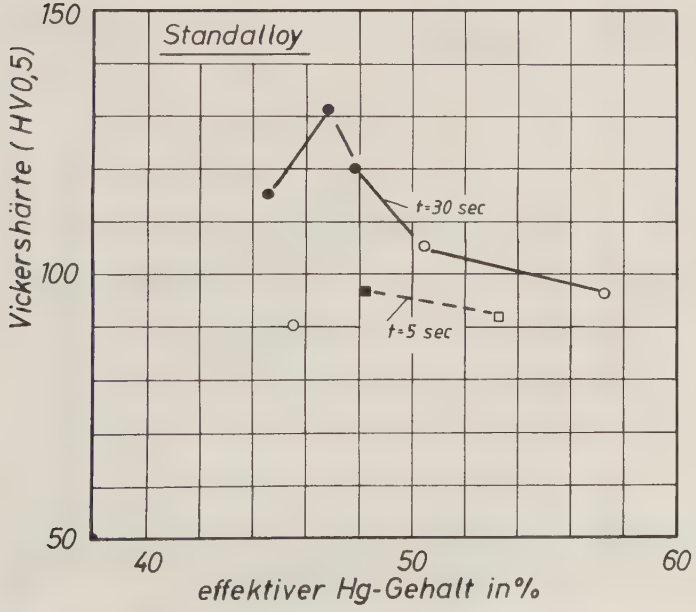


Bild 58b Amalgamhärte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

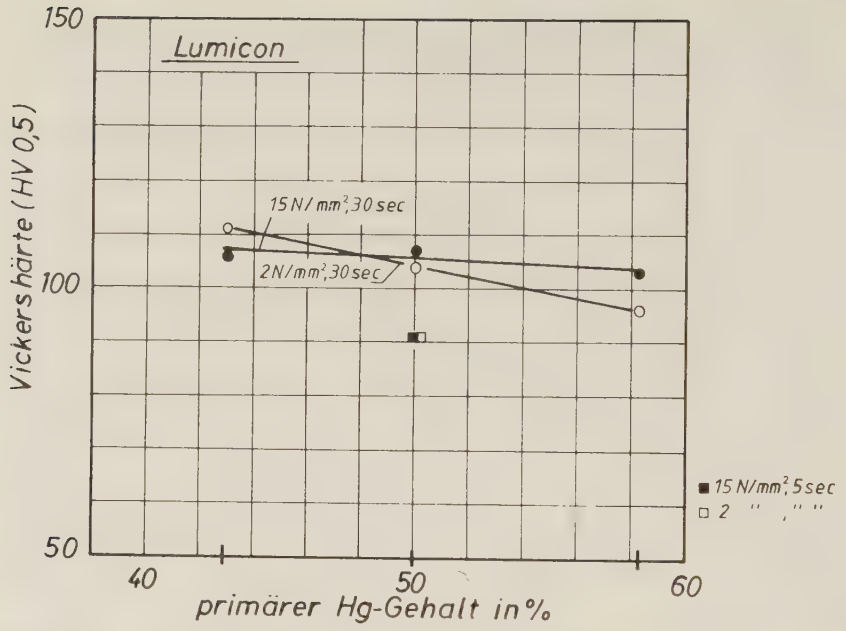


Bild 59a Amalgamhärte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

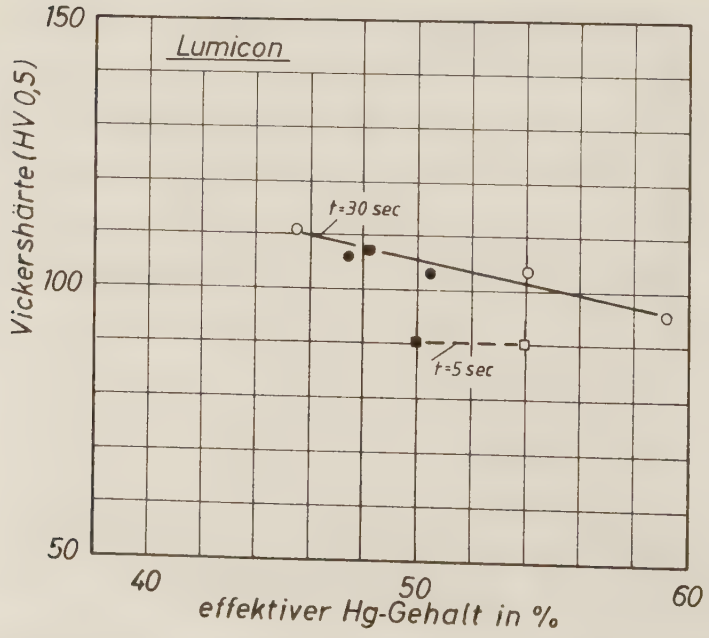


Bild 59b Amalgamhärte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

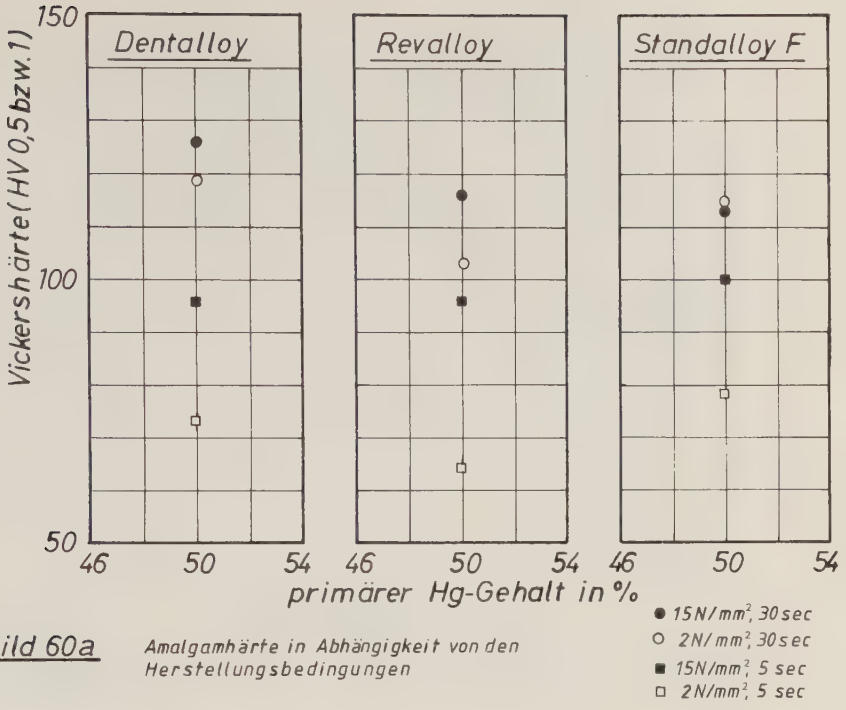


Bild 60a Amalgamhärte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

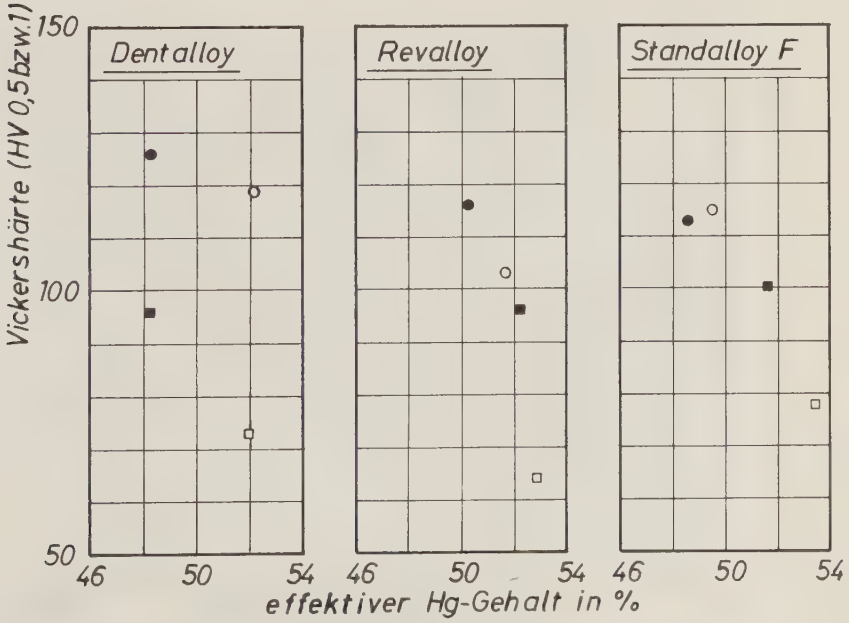


Bild 60b Amalgamhärte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

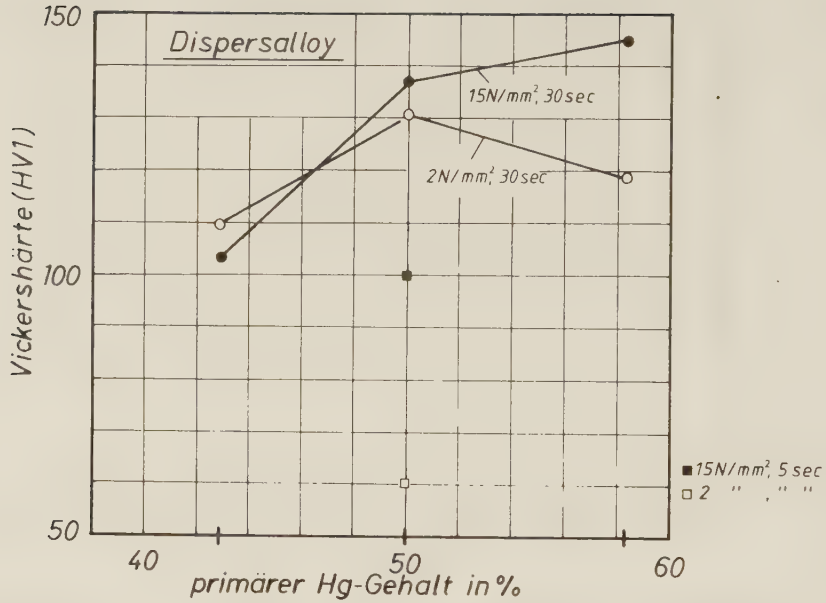


Bild 61a Amalgamharte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

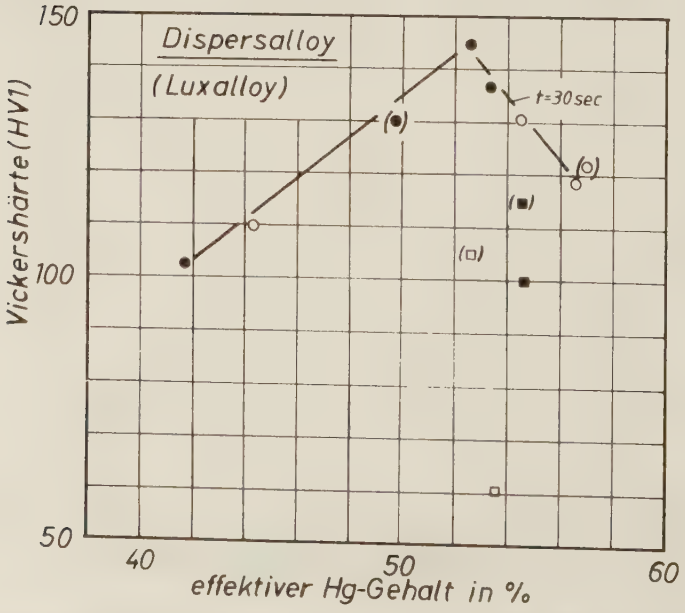


Bild 61b Amalgamhärte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

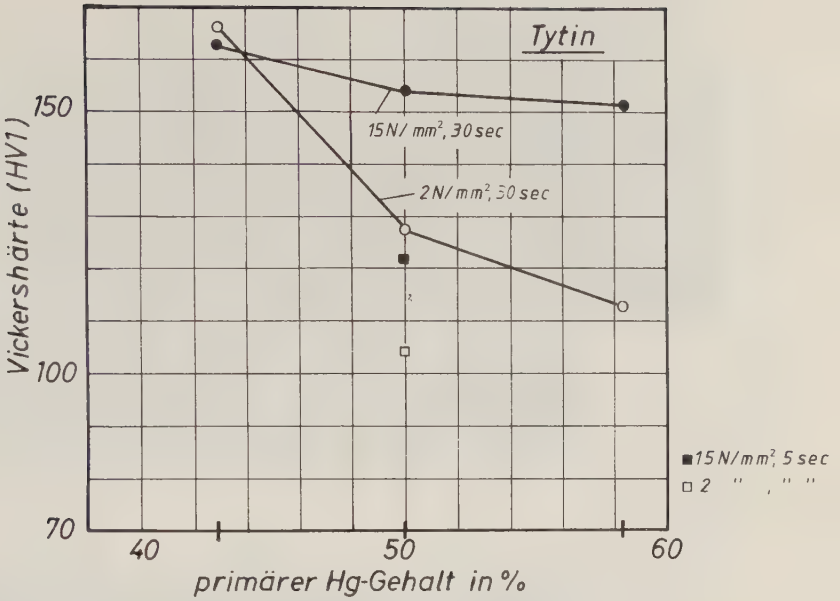


Bild 62a Amalgamhärte in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen

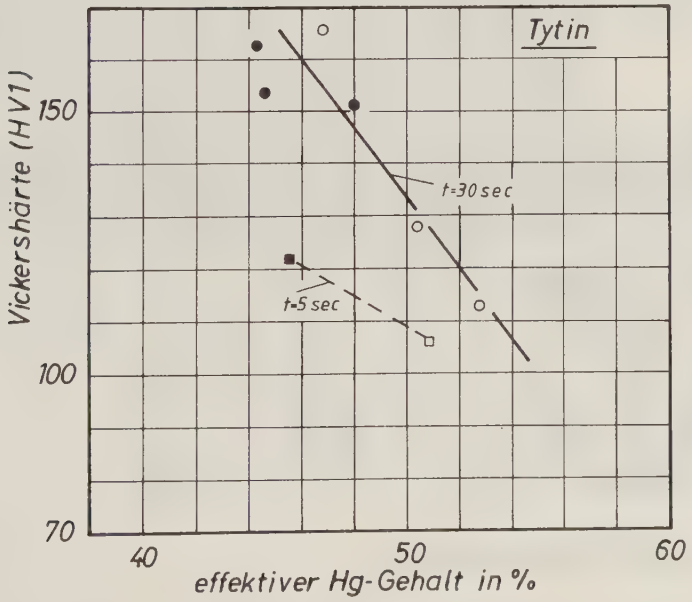


Bild 62b Amalgamhärte in Abhängigkeit vom eff. Hg-Gehalt

100:1

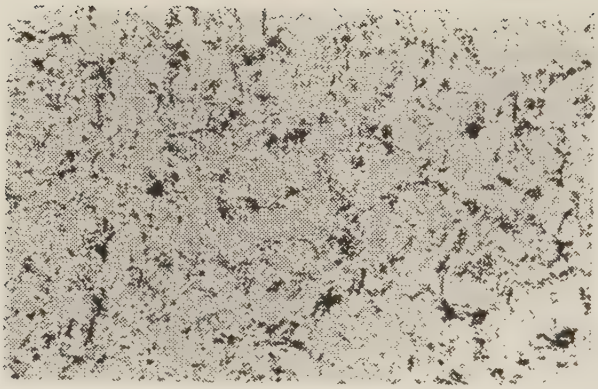


Bild 63
Probe 20
(4:3,15 N/mm^2
30 sek.)
115 HV 0,5
42,3 % Hg

100:1

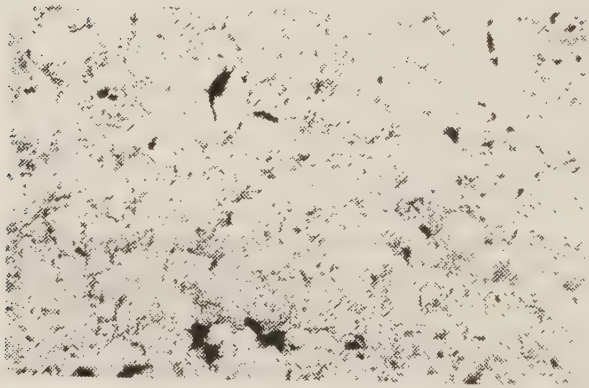


Bild 64
Probe 17
(4:3,2 N/mm^2
30 sek.)
92 HV 1
47,1 % Hg

100:1

Bild 65
Probe 18
(5:7,2 N/mm^2
30 sek.)
83 HV 0,5
52,4 % Hg

Bilder 63 - 65
Katalloy-Amalgam, poliert, 100: 1

100 : 1

Bild 66
Probe 14
(5:5, 15 N/ mm^2,
5 sec)
84 HV 0,5
45,9 % Hg

poliert

100 : 1

Bild 67
Probe 16
(5:5, 2 N/mm^2,
5 sec)
81 HV 0,5
54 % Hg

poliert

Bilder 66 - 67
Katalloy-Amalgam

200 : 1

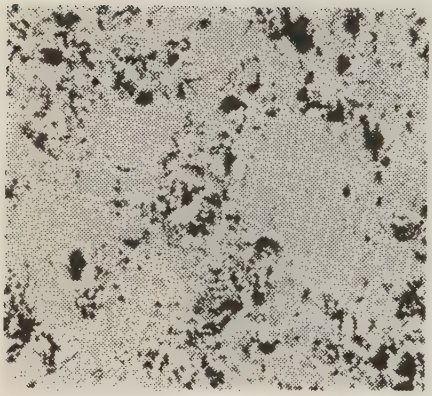


Bild 68 poliert
Probe 13
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
108 HV 0,5, 40,1 % Hg

200 : 1

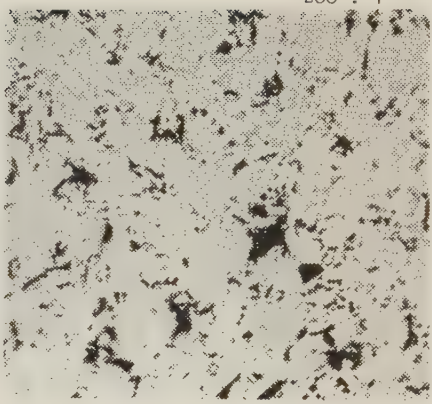


Bild 69 poliert
Probe 20
(4:3, 15 N/mm^2, 30 sec)
115 HV 0,5, 42,3 % Hg

200 : 1

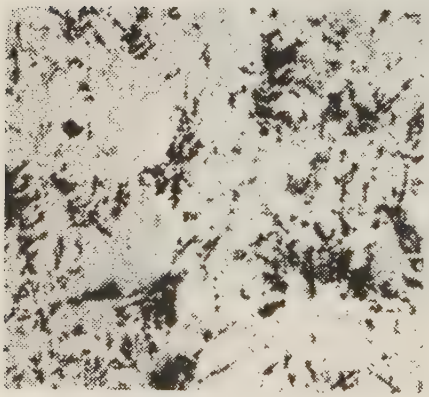


Bild 70 poliert
Probe 18
(5:7, 2 N/mm^2, 30 sec)
83 HV 0,5, 52,4 % Hg

200 : 1

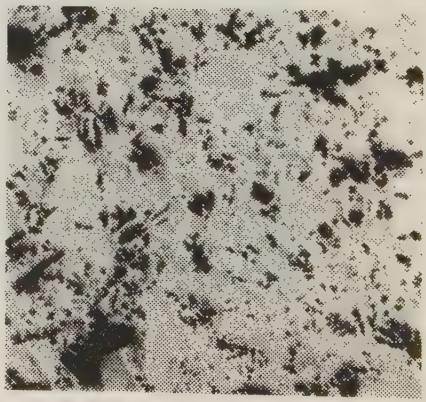


Bild 71 poliert
Probe 16
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
81 HV 0,5, 54 % Hg

Bilder 68 - 71
Katalloy-Amalgam

500 : 1

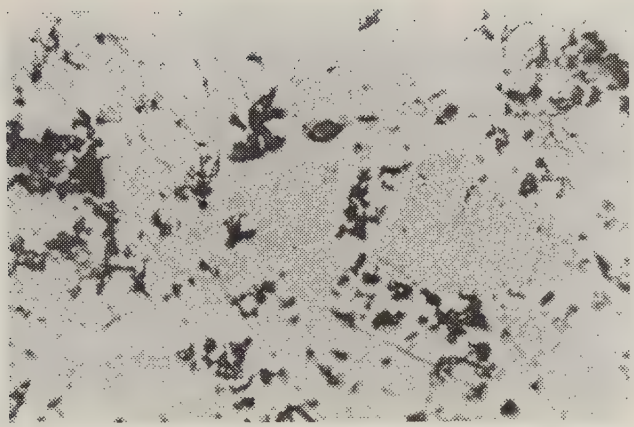


Bild 72
Probe 15
(5:5 , 2 N/mm^2,
30 sec)
102 HV 0,5
40,4 % Hg

500:1

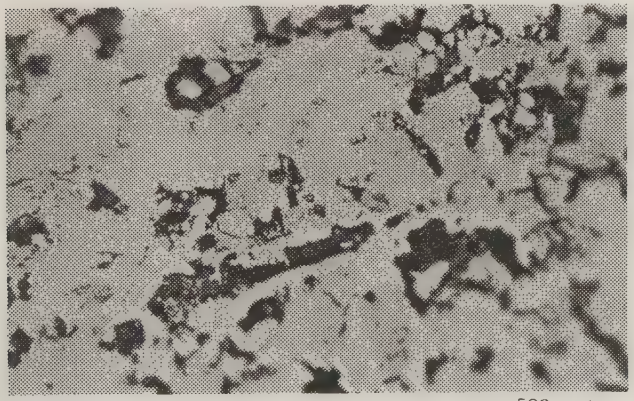


Bild 73
Probe 14
(5:5, 15 N/mm^2,
5 sec)
84 HV 0,5
45,9 % Hg

500 : 1

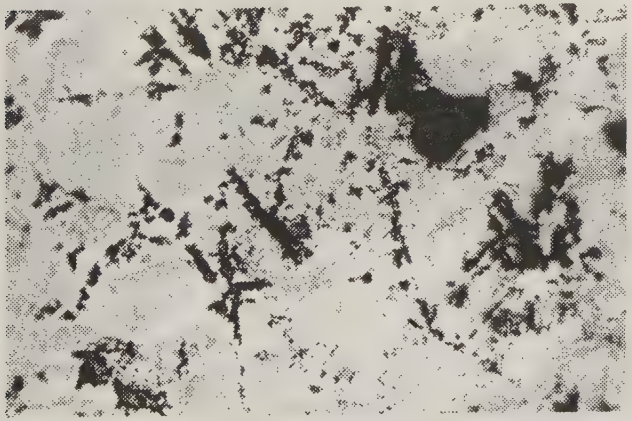


Bild 74
Probe 16
(5:5, 2 N/mm^2,
5 sec)
81 HV 0,5
54 % Hg

Bilder 72 - 74
Katalloy-Amalgam, poliert,

100:1

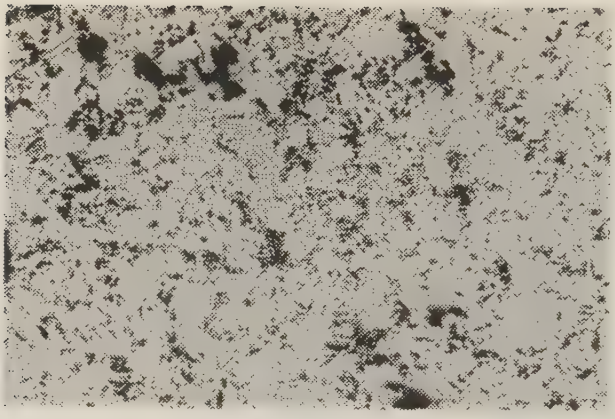


Bild 75
Probe 6
(4:3, 15 N/mm^2,
30 sec)
115 HV 0,5
44;5 % Hg

100:1

Bild 76
Probe 11
(4:3, 2 N/mm^2,
30 sec)
90 HV 0,5
45,5 % Hg

100:1

Bild 77
Probe 8
(5:7, 15 N/mm^2,
30 sec)
131 HV 0,5
46,8 % Hg

100:1

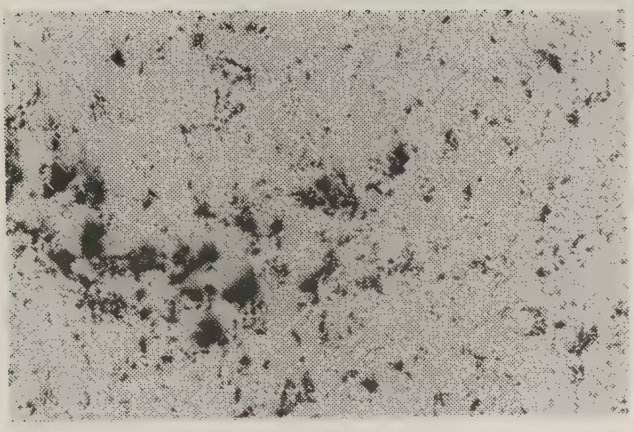


Bild 78
Probe 12
(5:5, 15 N/mm^2,
30 sec)
119 HV 0,5
47,9 % Hg

100:1

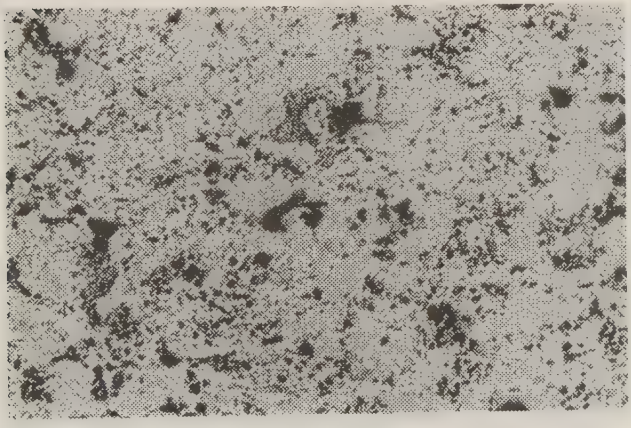


Bild 79
Probe 9
(5:5, 2 N/mm^2,
30 sec)
106 HV 0,5
50,5 % Hg

100:1

Bild 80
Probe 5
(5:7, 2 N/mm^2,
30 sec)
97 HV 0,5
57,2 % Hg

Bilder 75 - 80 : Standalloy-Amalgam, poliert, 100:1

100:1

Bild 81
Probe 6
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
115 HV 0,5
44,5 % Hg

Schrägfeld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 82
Probe 8
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
131 HV 0,5
46,8 % Hg

Schrägfeld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 83
Probe 12
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
119 HV 0,5
47,9 % Hg

Schrägfeld-
beleuch-
tung

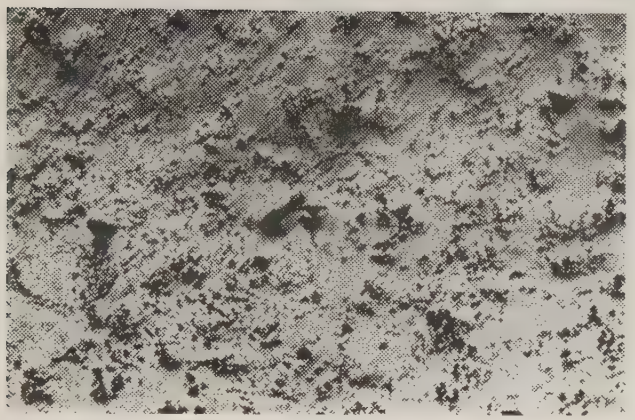


Bild 84
Probe 9
(5:5, 2 N/mm^2, 30 sec)
106 HV 0,5
50,5 % Hg

Schrägfeld-beleuchtung

Bild 85
Probe 5
(5:7, 2 N/mm^2, 30 sec)
97 HV 0,5
57,2 % Hg

Schrägfeld-beleuchtung

Bilder 81 - 85

Standalloy - Amalgam, poliert,

100:1

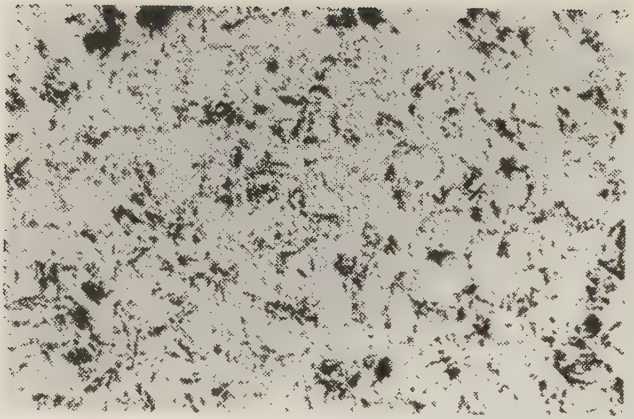


Bild 86
Probe 7
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
98 HV 0,5
48,3 % Hg

100:1

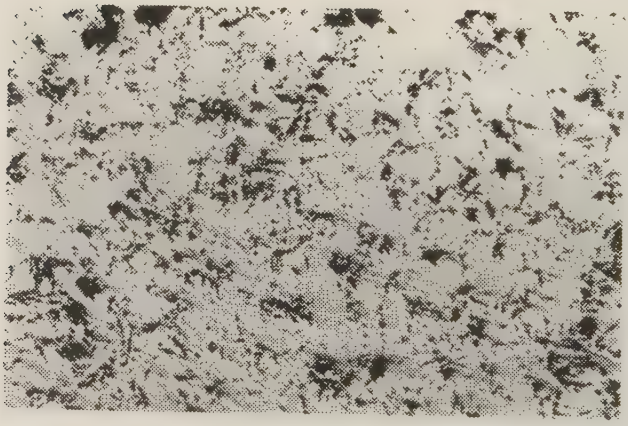


Bild 87
Probe 7
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
98 HV 0,5
48,3 % Hg

Schrägfeldbeleuchtung

100:1

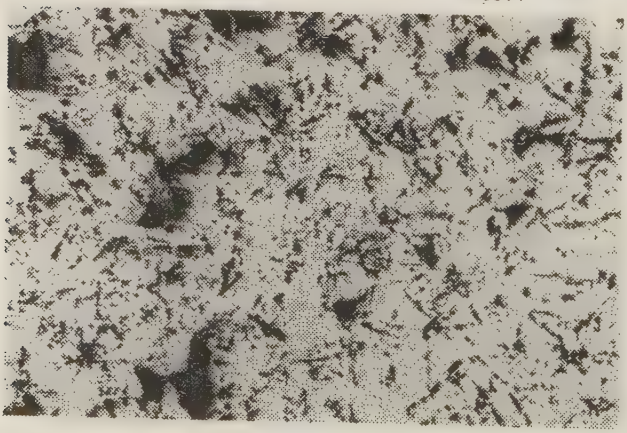


Bild 88
Probe 10
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
92 HV 0,5
53,3 % Hg

Bilder 86 - 88
Standalloy - Amalgam, poliert

200:1

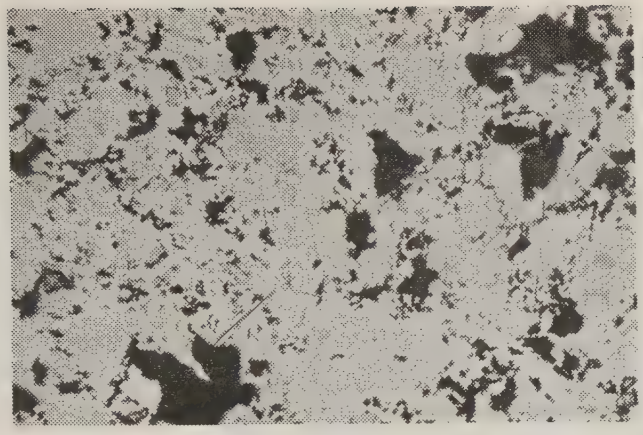


Bild 89
Probe 6
(4:3, 15 N/mm², 30 sec)
115 HV 0,5
44,5 % Hg

200:1

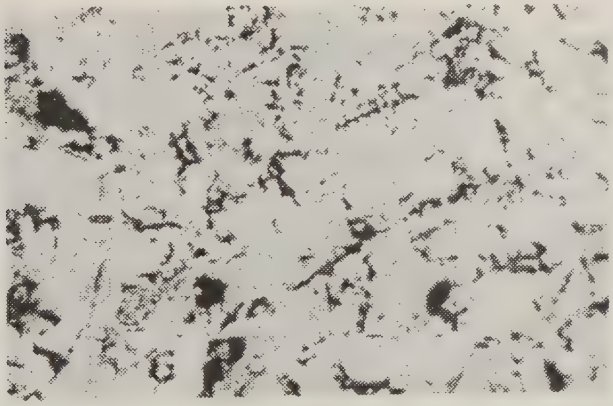


Bild 90
Probe 10
(5:5, 2 N/mm², 5 sec)
92 HV 0,5
53,3 % Hg

500:1

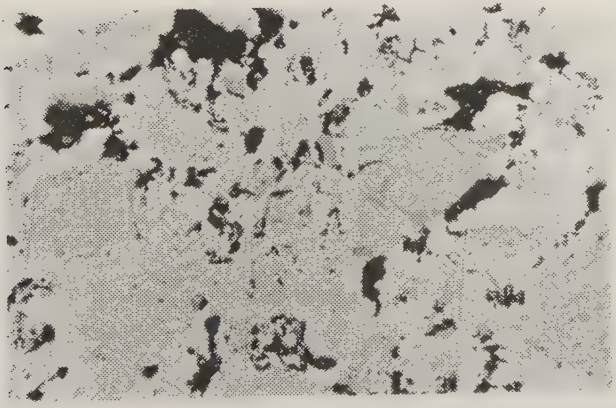


Bild 91
Probe 6

Bilder 89 - 91
Standalloy - Amalgam, poliert

100:1

Bild 92
Probe 28
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
106 HV 0,5
47,5 % Hg

100:1

Bild 93
Probe 28
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
106 HV 0,5
47,5 % Hg

Schrägfeld-
beleuch-
tung

100:1

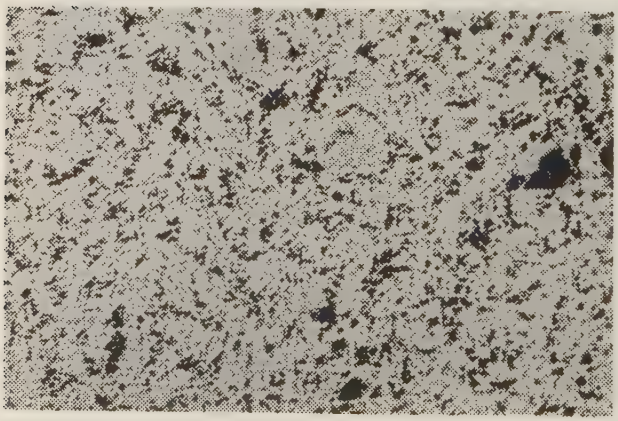


Bild 94
Probe 26
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
104 HV 0,5
54 % Hg

100:1

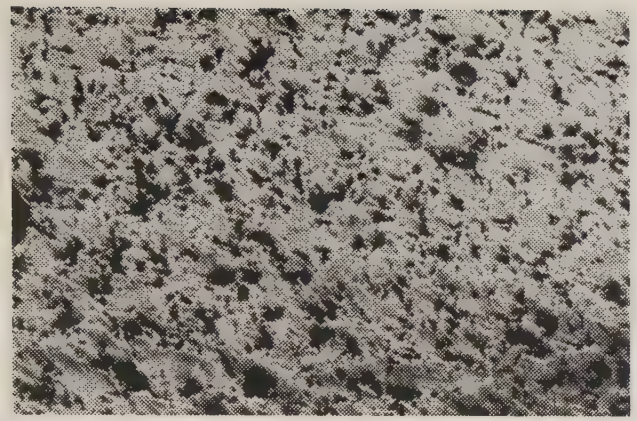


Bild 95
Probe 25
(5:7,
2 N/mm^2,
30 sec)
96 HV 1
59,2 % Hg

Schrägfeld-
beleuch-
tung

100:1

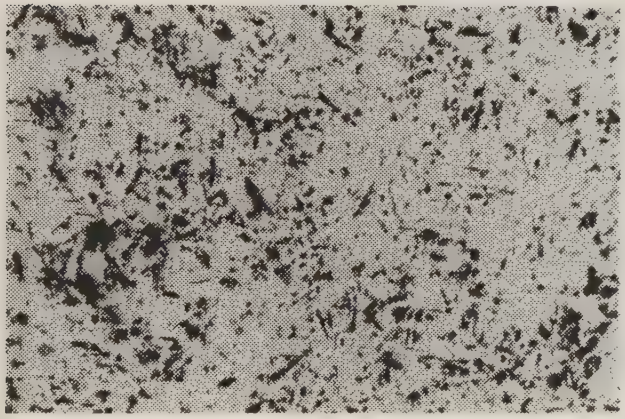


Bild 96
Probe 27
(5:5,
15 N/mm^2,
5 sec)
90 HV 0,5
50 % Hg

100:1

Bild 97
Probe 30
(5:5,
2 N/mm^2,
5 sec)
91 HV 0,5
53,9 % Hg

Bilder 92 - 97
Lumicon - Amalgam, poliert

200:1

Bild 98
Probe 25
Lumicon-Amalgam
(5:7, 2 N/mm^2,
30 sec)
96 HV 1
59,2 % Hg
poliert

500:1

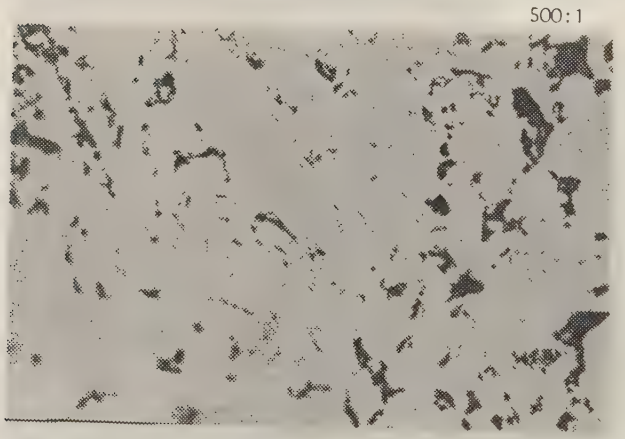


Bild 99
Probe 32
Lumicon-Amalgam
(5:7, 15 N/mm^2,
30 sec)
103 HV 0,5
50,5 % Hg
poliert

1000:1

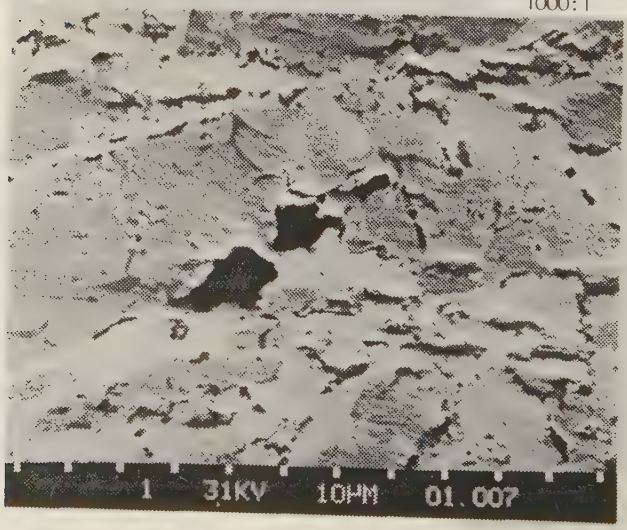


Bild 100
Probe 31
Lumicon-Amalgam
(5:5, 15 N/mm^2,
30 sec)
107 HV 0,5
48,5 % Hg

poliert / REM

100:1

Bild 101
Probe 55
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
126 HV 1
48,3 % Hg

100:1

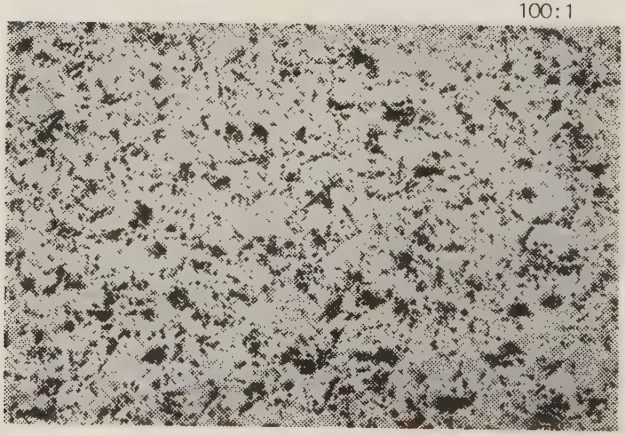


Bild 102
Probe 55
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
126 HV 1
48,3 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 103
Probe 54
(5:5, 2 N/mm^2, 30 sec)
119 HV 1
52,2 % Hg

100:1

Bild 104
Probe 53
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
96 HV 1
48,3 % Hg

100:1

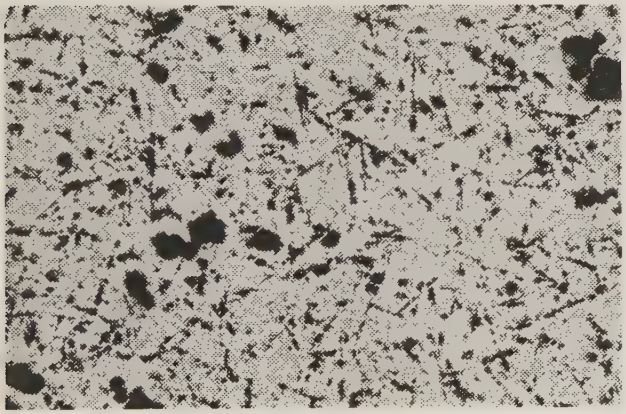


Bild 105
Probe 56
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
73 HV 1
52,0 % Hg

100:1

Bild 106
Probe 56
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
73 HV 1
52,0 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

Bilder 101 - 106
Dentalloy - Amalgam, poliert

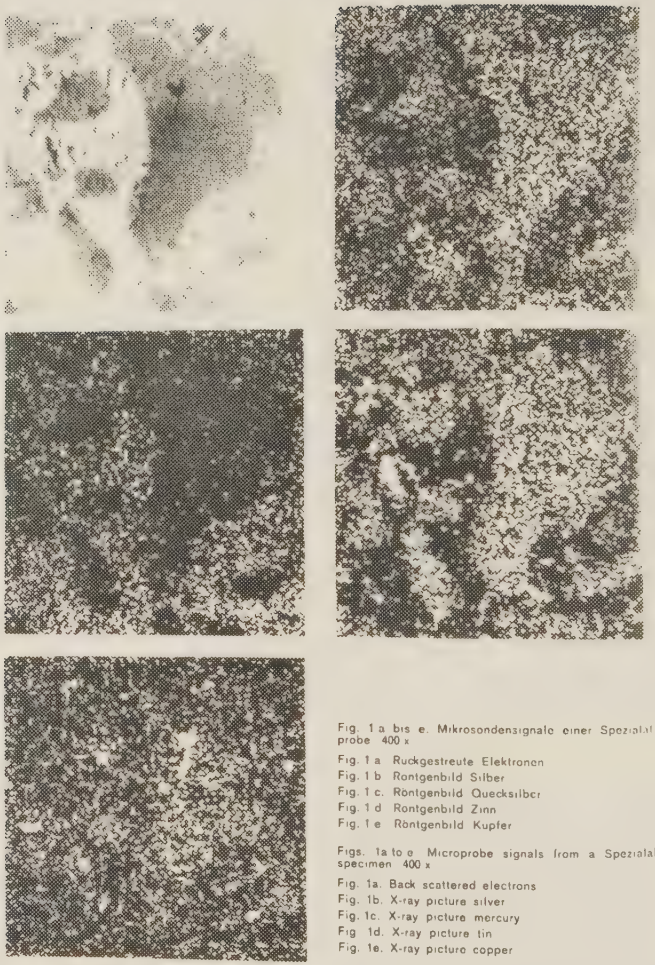


Fig. 1 a bis e. Mikrosondensignale einer Spezialstahlprobe 400 x

Fig. 1 a Rückgestreute Elektronen
Fig. 1 b Röntgenbild Silber
Fig. 1 c. Röntgenbild Quecksilber
Fig. 1 d Röntgenbild Zinn
Fig. 1 e Röntgenbild Kupfer

Figs. 1a to e. Microprobe signals from a Spezialalloy specimen 400 x

Fig. 1a. Back scattered electrons
Fig. 1b. X-ray picture silver
Fig. 1c. X-ray picture mercury
Fig. 1d. X-ray picture tin
Fig. 1e. X-ray picture copper

Bild 7
Phasenidentifizierung einer Amalgamprobe durch Mikrosondensignale[5)]

100:1

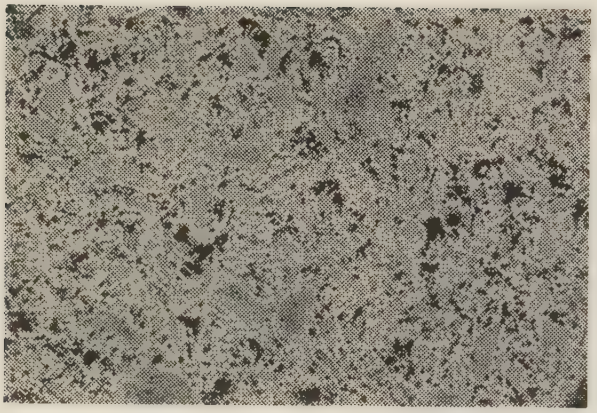


Bild 114
Probe 36
5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
116 HV 0,5
50,2 % Hg

100:1

Bild 115
Probe 33
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
103 HV 0,5
51,7 % Hg

100:1

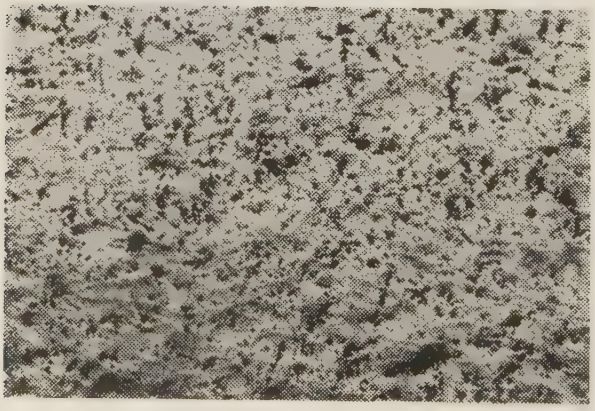


Bild 116
Probe 34
(5:5,
15 N/mm^2,
5 sec)
96 HV 1
52,1 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 117
Probe 35
(5:5, 2 N/mm², 5 sec)
64 HV 0,5
52,9 % Hg

100:1

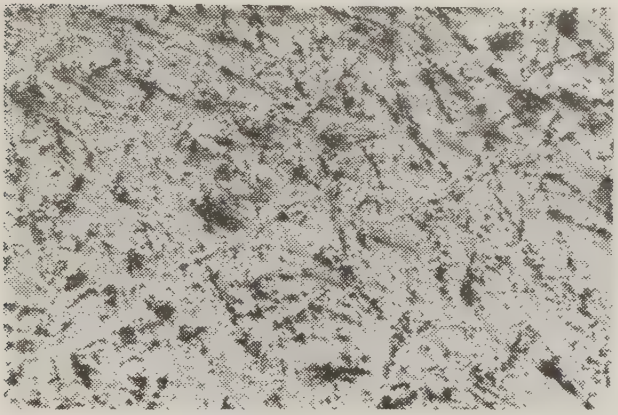


Bild 118
Probe 35
(5:5, 2 N/mm², 5 sec)
64 HV 0,5
52,9 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

Bilder 114 - 118
Revalloy - Amalgam, poliert

200:1

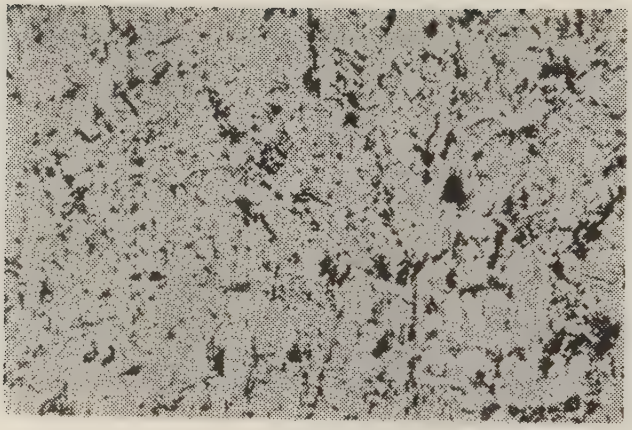


Bild 119 poliert
Probe 34 (5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
96 HV 1, 52,1 % Hg

200:1

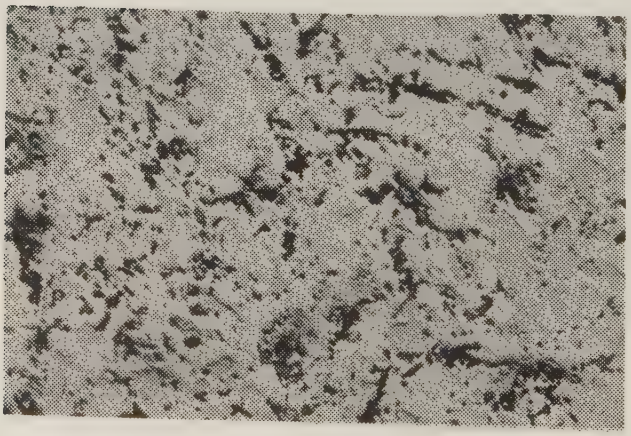


Bild 120 Schrägfeldbeleuchtung, poliert
Probe 35 (5:5,2 N/mm^2, 5 sec)
64 HV 0,5, 52,9 % Hg

Bilder 119 - 120
Revalloy - Amalgam

500:1

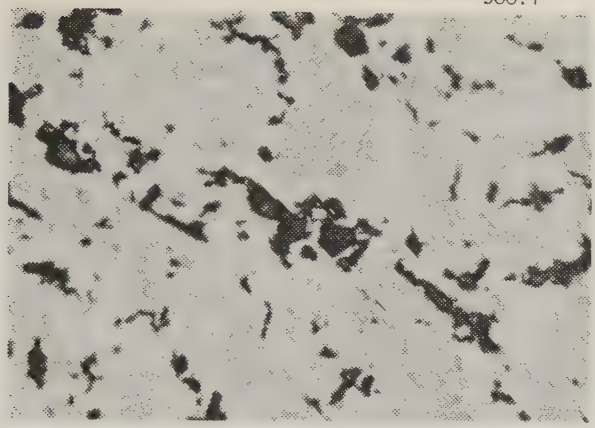


Bild 121
Probe 33
(5:5, 2 N/mm^2, 30 sec)
103 HV 0,5
51,7 % Hg

poliert

1300:1

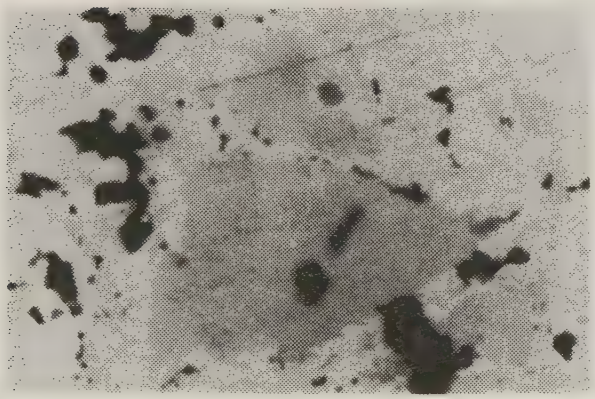


Bild 122
Probe 36
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
116 HV 0,5
50,2 % Hg

poliert

1300:1

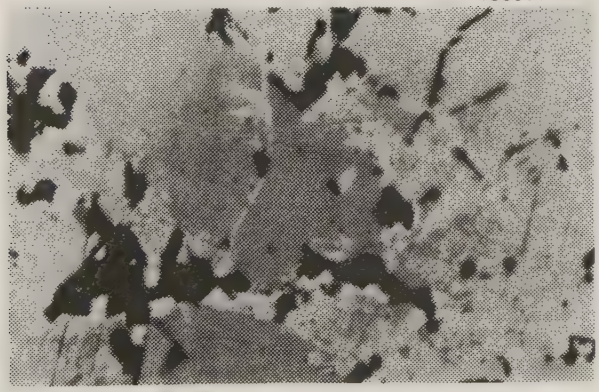


Bild 123
Probe 34
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
96 HV 1
52,1 % Hg

poliert

Bilder 121 - 123
Revalloy - Amalgam

100:1

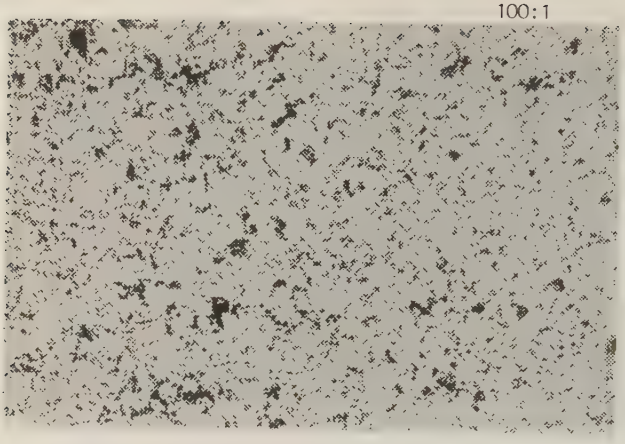


Bild 124
Probe 1
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
113 HV 0,5
48,5 % Hg

100:1

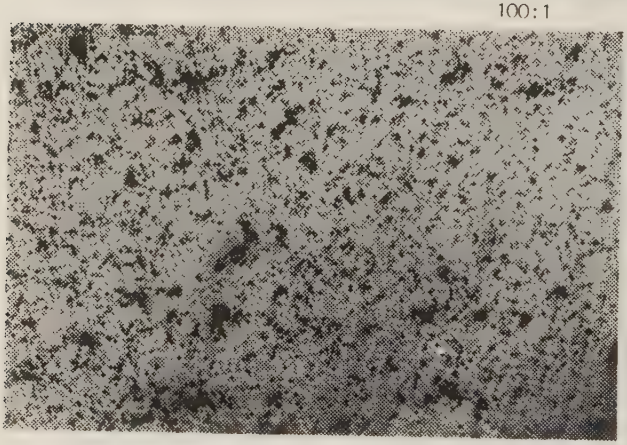


Bild 125
Probe 1
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
113 HV 0,5
48,5 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

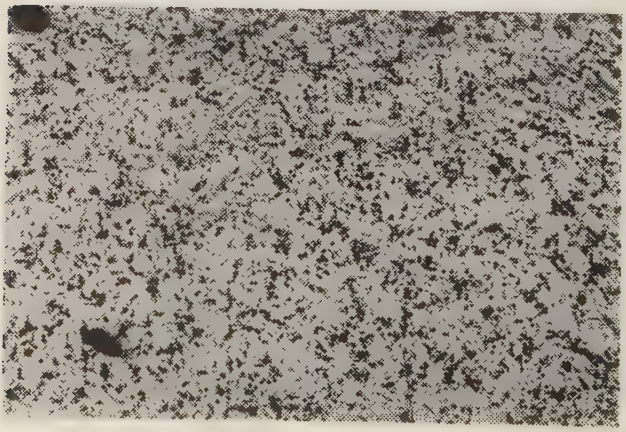


Bild 126
Probe 4
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
115 HV 0,5
49,6 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

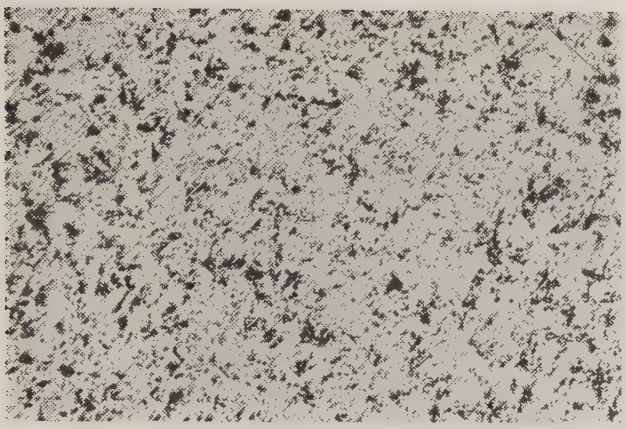


Bild 127
Probe 2
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
101 HV 0,5
51,7 % Hg

100:1

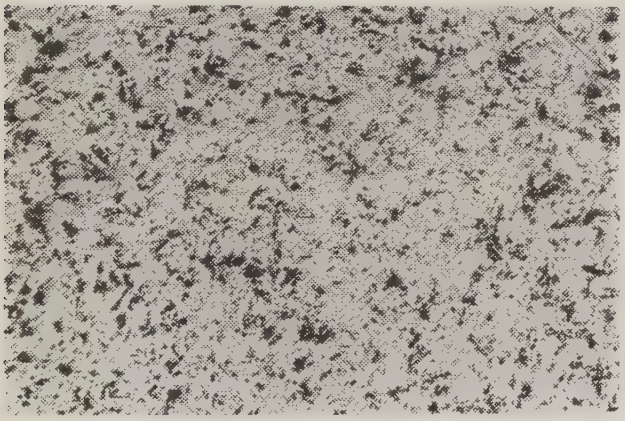


Bild 128
Probe 2
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
101 HV 0,5
51,7 % Hg

Schräg-feld-beleuch-tung

100:1

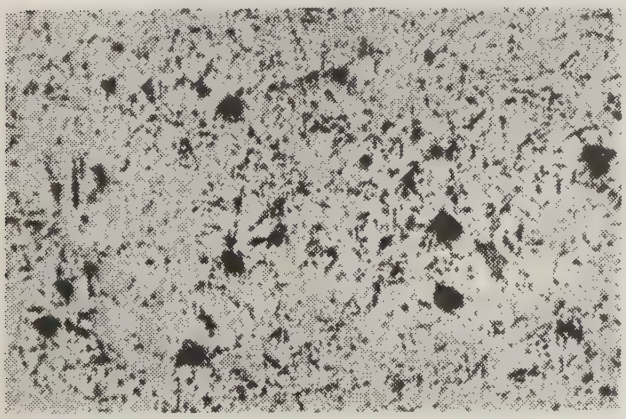


Bild 129
Probe 3
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
78 HV 0,5
53,4 % Hg

Bilder 124 - 129
Standalloy F-Amalgam, poliert

200:1

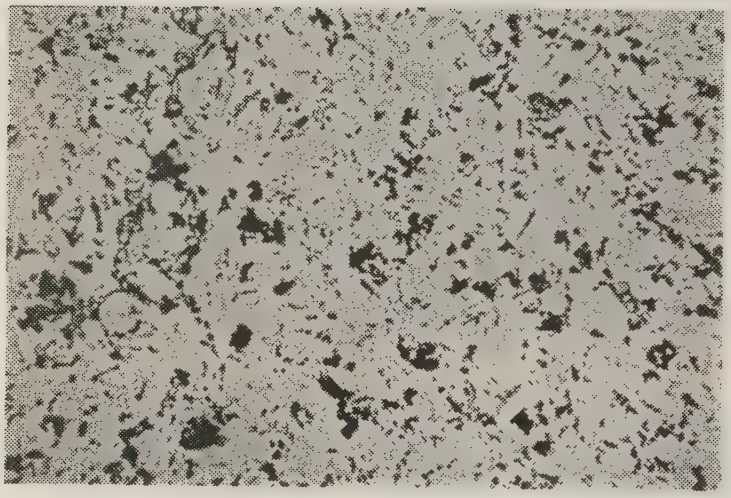


Bild 130

Interferenz

500:1

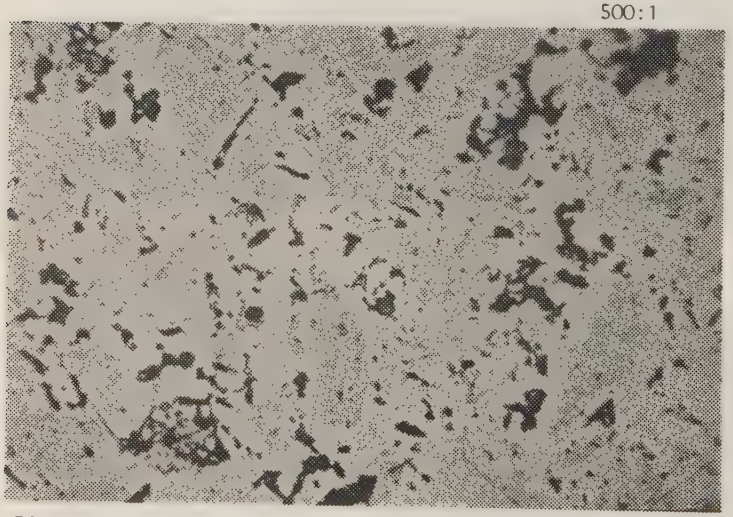


Bild 131

Interferenz

Bilder 130 - 131
Standalloy F-Amalgam
Probe 1 (5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
113 HV 1, 48,5 % Hg

Im Original ——→ Farbbilder

200:1

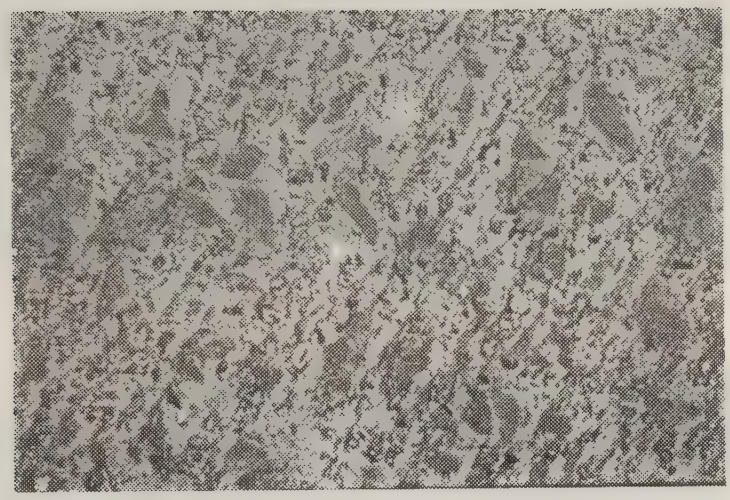


Bild 132 Interferenz

500:1

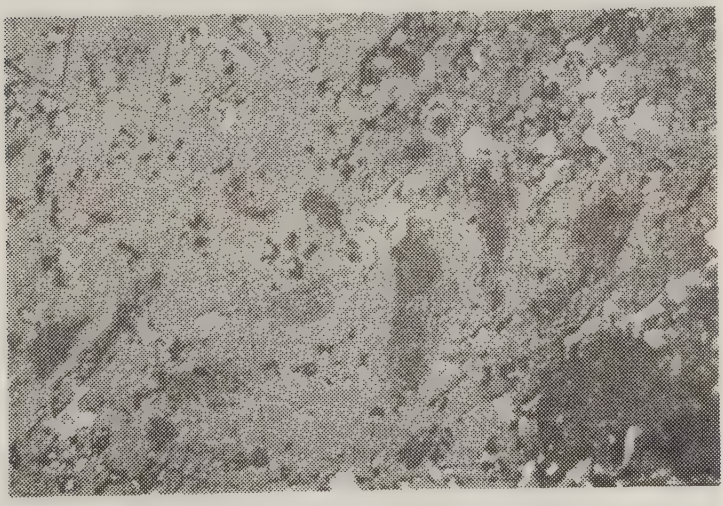
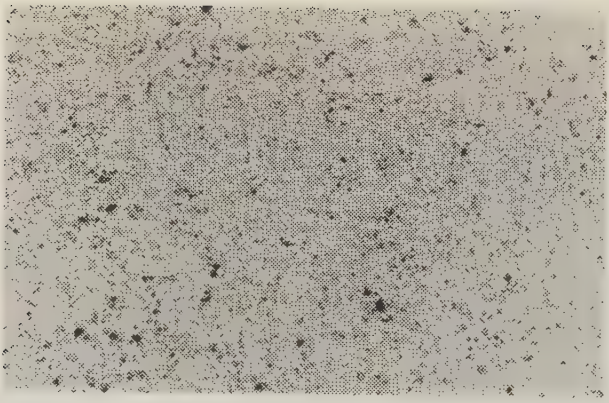


Bild 133 Interferenz

Bilder 132 - 133
Standalloy F-Amalgam$_2$
Probe 4 (5:5, 2 N/mm^2, 30 sec)
115 HV 0,5, 49,6 % Hg

Im Original Farbbilder

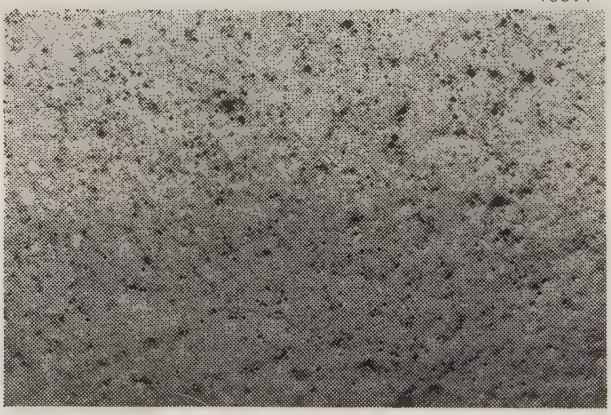
100:1



poliert

Bild 134
Probe 47
(4:3, 15 N/mm^2, 30 sec) .
103 HV 0,5
41,7 % Hg

100:1

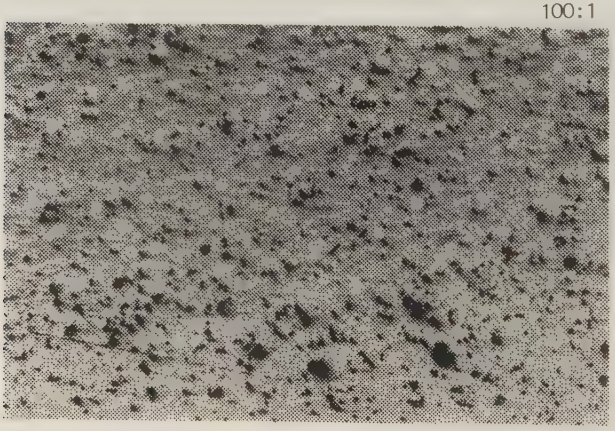


poliert

Bild 135
Probe 47
(4:3, 15 N/mm^2, 30 sec)
103 HV 0,5
41,7 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1



poliert

Bild 136
Probe 46
(5:7, 15 N/mm^2, 30 sec)
145 HV 1
52,6 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 137
Probe 49
(5:5, 2 N/mm², 30 sec)
131 HV 1
54,5 % Hg

poliert

100:1

Bild 138
Probe 49
(5:5, 2 N/mm², 30 sec)
131 HV 1
54,5 % Hg

Schräg-feld-beleuch-tung

poliert

100:1

Bild 139
Probe 50
(5:7, 2 N/mm², 30 sec)
119 HV 1
56,6 % Hg

poliert

200:1

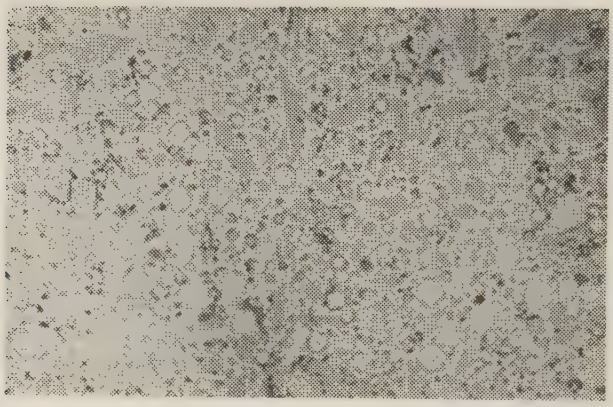


Bild 140
Probe 47
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
103 HV 0,5
41,7 % Hg

poliert

200:1

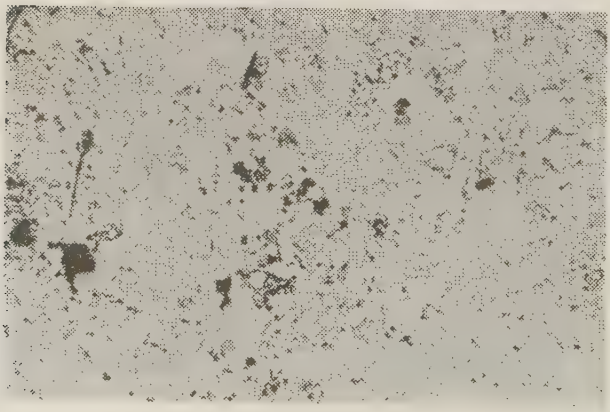


Bild 141
Probe 48
(4:3,
2 N/mm^2,
30 sec)
110 HV 1
44,4 % Hg

poliert

200:1

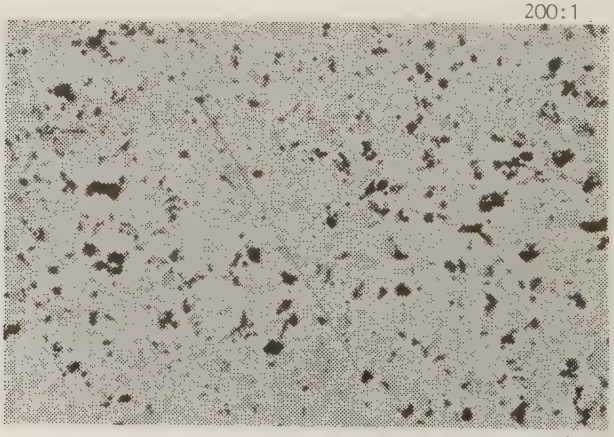


Bild 142
Probe 46
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
145 HV 1
52,6 % Hg

poliert

200:1

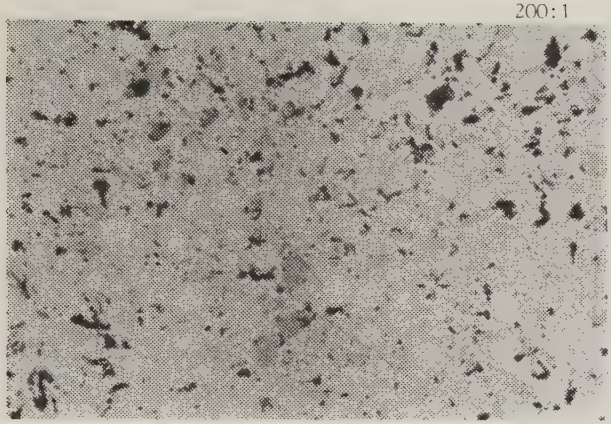


Bild 143
Probe 45
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
137 HV 1
53,3 % Hg

poliert

200:1

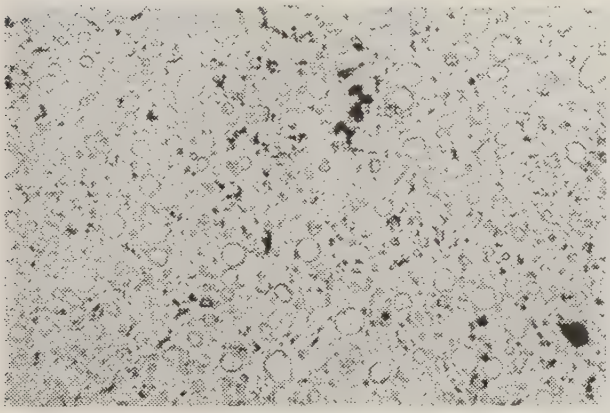


Bild 144
Probe 49
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
131 HV 1
54,5 % Hg

poliert

230:1

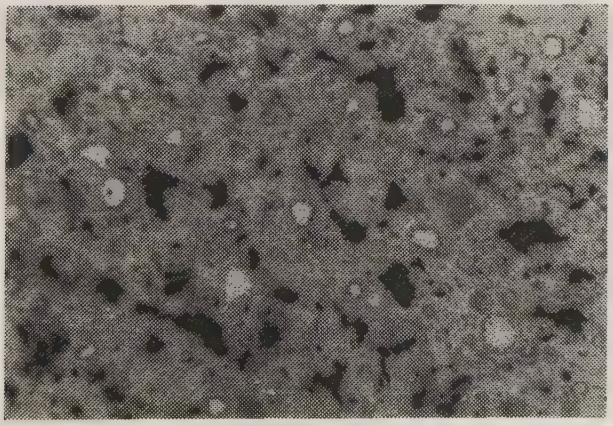


Bild 145
Probe 50
(5:7,
2 N/mm^2,
30 sec)
119 HV 1
56,6 % Hg

Interferenz

Bilder 140 - 145
Dispersalloy-Amalgam

500:1

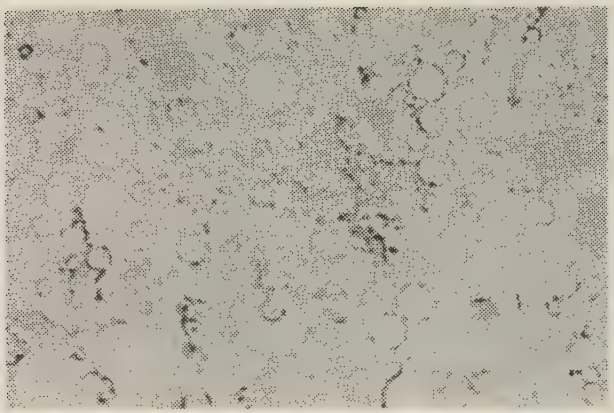


Bild 146
Probe 47
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
103 HV 0,5
41,7 % Hg

poliert

500:1

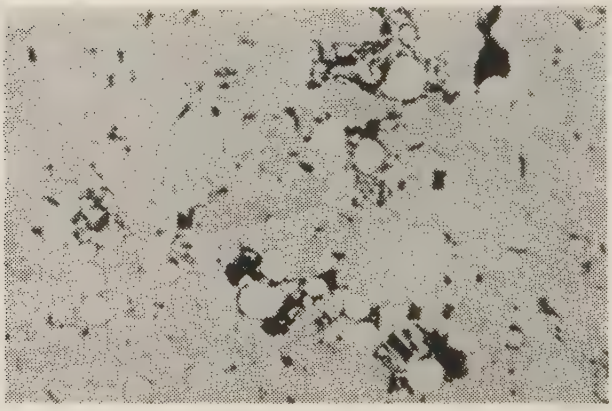


Bild 147
Probe 48
(4:3,
2 N/mm^2,
30 sec)
110 HV 1
44,4 % Hg

poliert

500:1

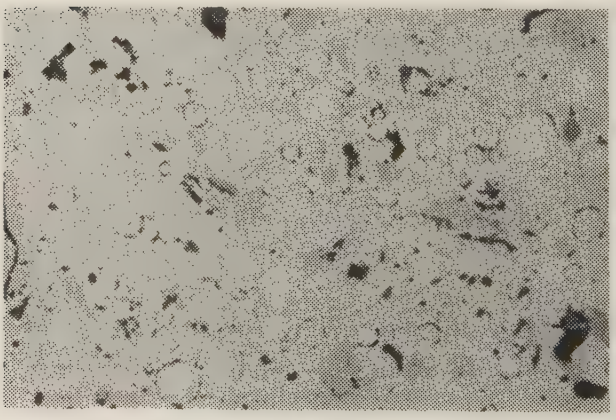


Bild 148
Probe 46
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
145 HV 1
52,6 % Hg

poliert

500:1

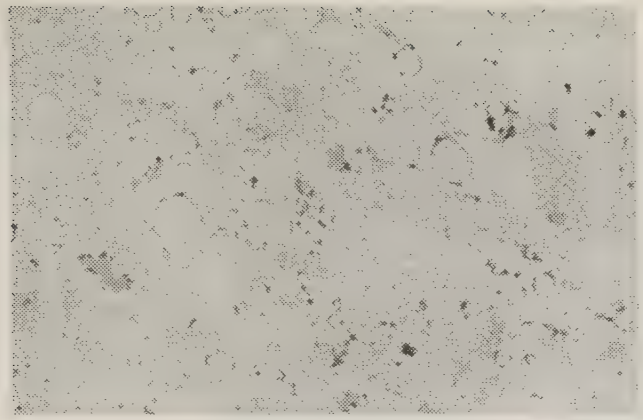


Bild 149
Probe 49
(5:5, 2
2 N/mm², 30 sec)
131 HV 1
54,5 % Hg

poliert

5⁻5:1

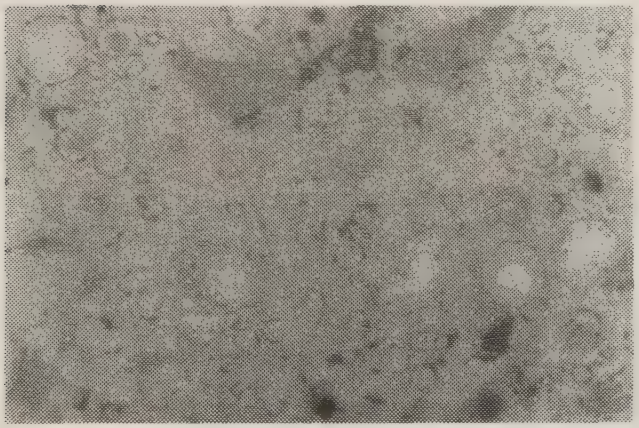


Bild 150
Probe 50
(5:⁻, 2
2 N/mm², 30 sec)
119 HV 1
56,6 % Hg

Interferenz

Bilder 146 - 150
Dispersalloy - Amalgam

1300 : 1

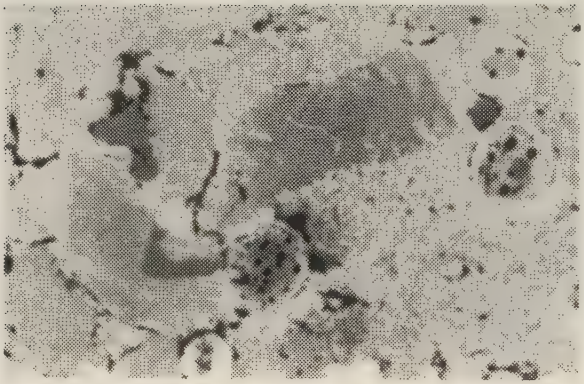


Bild 151 poliert
Probe 47 (4:3, 15 N/mm^2, 30 sec)
103 HV 0,5, 41,7 % Hg

1300 : 1

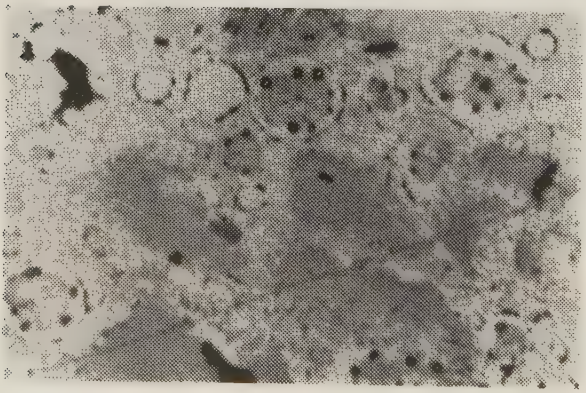


Bild 152 poliert
Probe 45 (5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
137 HV 1, 53,3 % Hg

Bilder 151 und 152

Dispersalloy - Amalgam

100:1

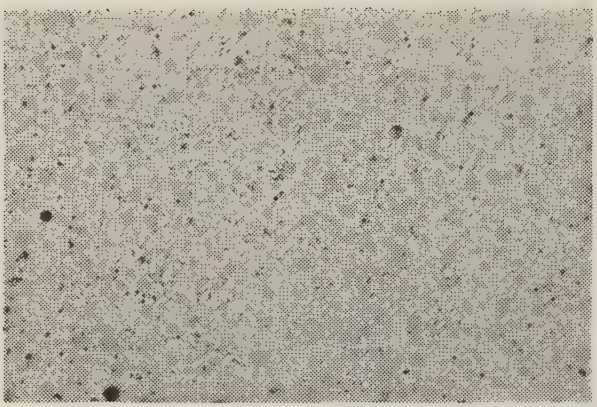


Bild 153
Probe 43
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
154 HV 1
44,6 % Hg

100:1

Bild 154
Probe 37
4:3,
2 N/mm^2,
30 sec)
167 HV 1
46,8 % Hg

100:1

Bild 155
Probe 42
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
151 HV 1
48 % Hg

100:1

Bild 156
Probe 41
(5:5, 2 N/mm², 30 sec)
128 HV 1
50,4 % Hg

Schräg-
feld-
beleuch-
tung

100:1

Bild 157
Probe 38
(5:7, 2 N/mm², 30 sec)
113 HV 1
52,8 % Hg

Bilder 153 - 157
Tytin - Amalgam, poliert

200:1

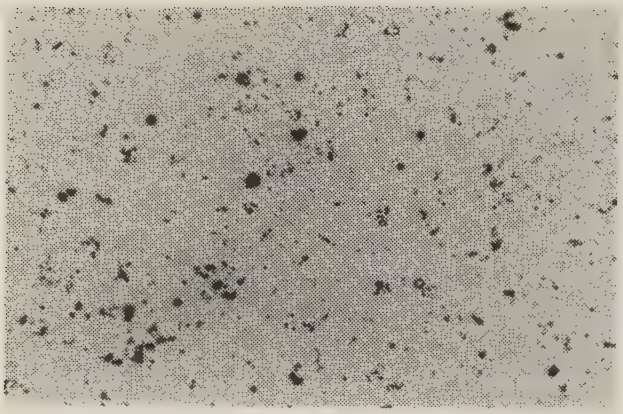


Bild 158
Probe 40
(4:3,
15 N/mm^2
30 sec)
163 HV 1·
44,3 % Hg

poliert

200:1

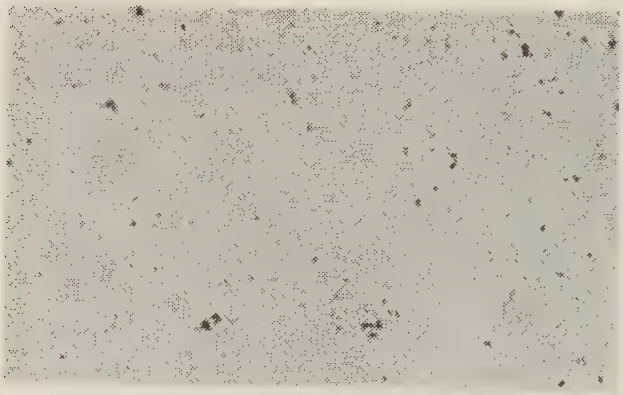


Bild 159
Probe 43
(5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
154 HV 1
44,6 % Hg

poliert

200 : 1

Bild 160
Probe 37
(4:3,
2 N/mm^2,
30 sec)
167 HV 1
46,8 % Hg

poliert

200:1

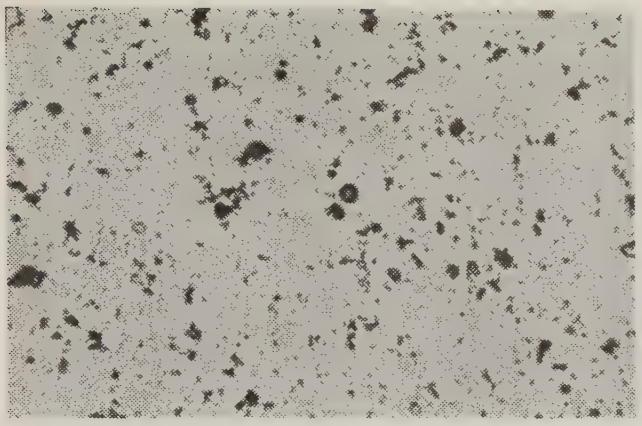


Bild 161
Probe 42
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
151 HV 1
48,0 % Hg

poliert

200:1

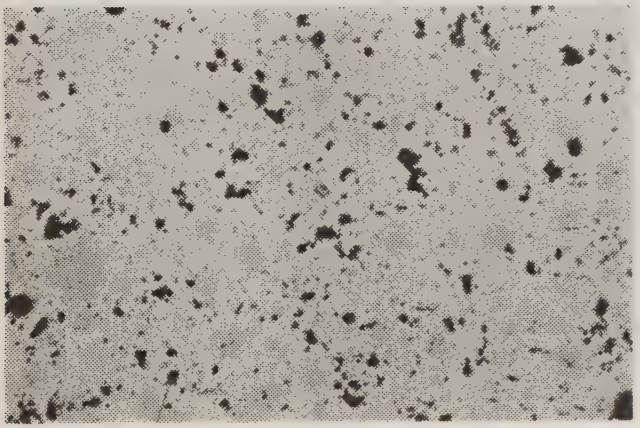


Bild 162
Probe 41
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
128 HV 1
50,4 % Hg

poliert

Bilder 158 - 162
Tytin - Amalgam

500:1

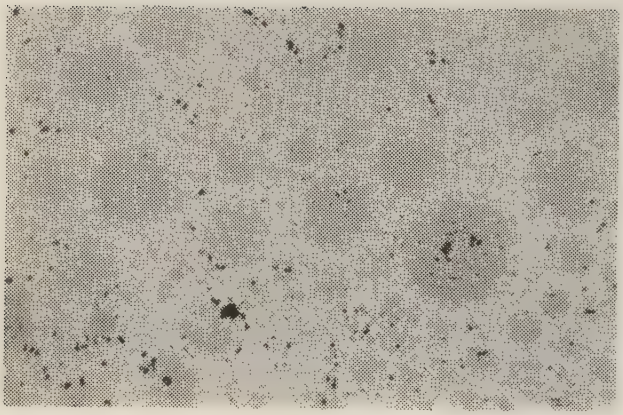


Bild 163
Probe 40
(4:3,
15 N/mm^2,
30 sec)
163 HV 1
44,3 % Hg

poliert

500:1

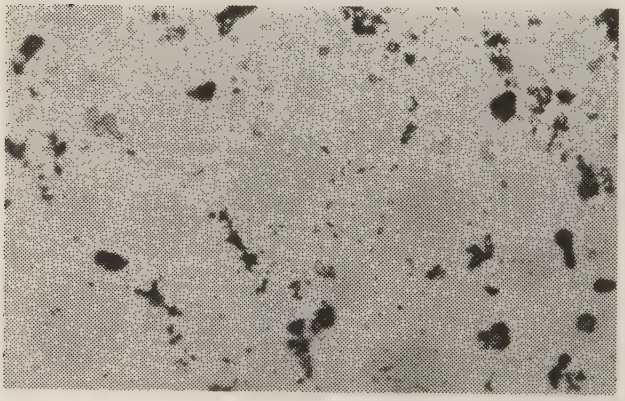


Bild 164
Probe 42
(5:7,
15 N/mm^2,
30 sec)
151 HV 1
48,0 % Hg

poliert

500:1

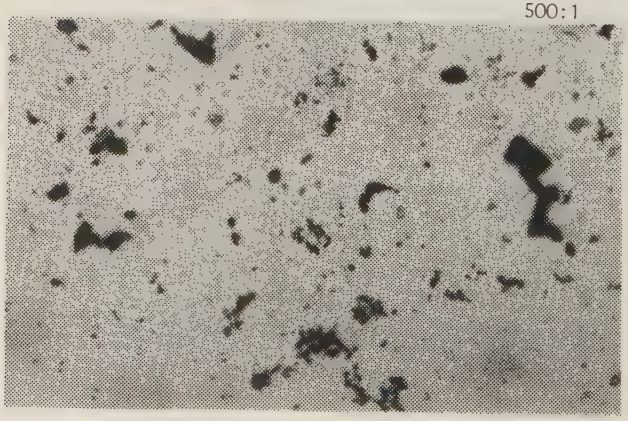


Bild 165
Probe 41
(5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
128 HV 1
50,4 % Hg

poliert

Bilder 163 - 165
Tytin - Amalgam

100:1

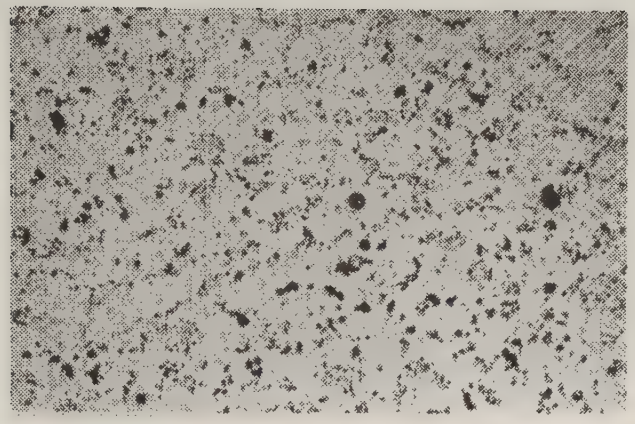


Bild 166
Probe 44
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
122 HV 1
45,6 % Hg

poliert

100:1

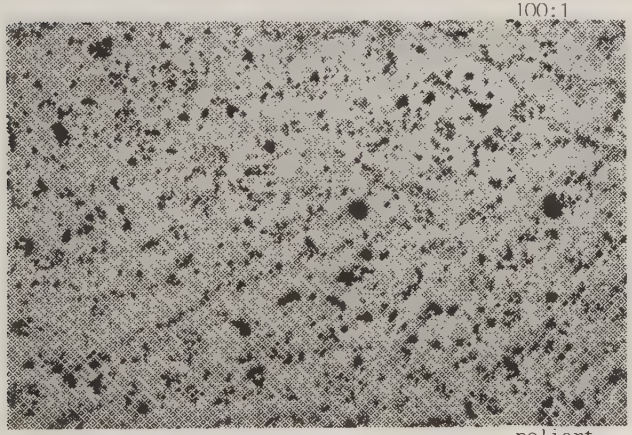


Bild 167
Probe 44
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
122 HV 1
45,6 % Hg

Schräg-feld-beleuch-tung

poliert

200:1

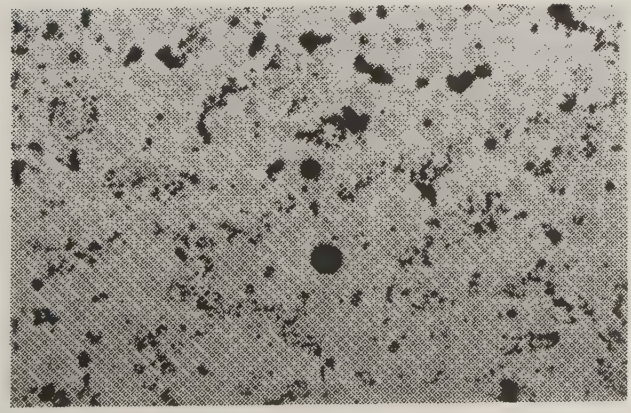


Bild 168
Probe 44
(5:5, 15 N/mm^2, 5 sec)
122 HV 1
45,6 % Hg

poliert

1300:1

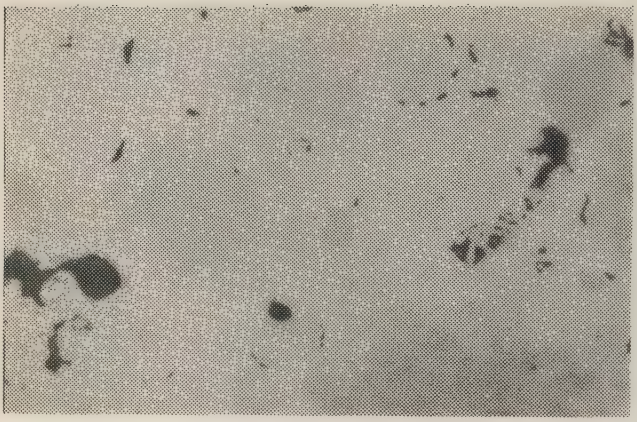


Bild 169
Probe 42
(5:7, 15 N/mm^2, 30 sec)
151 HV 1
48,0 % Hg

poliert

1300:1

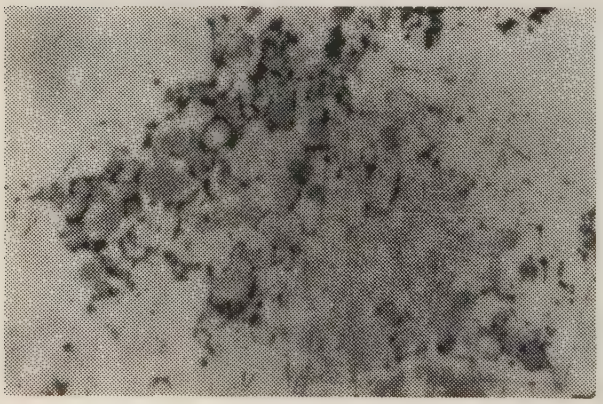


Bild 170
Probe 39
(5:5, 2 N/mm^2, 5 sec)
106 HV 1
50,9 % Hg

poliert

Bilder 166 - 170
Tytin-Amalgam

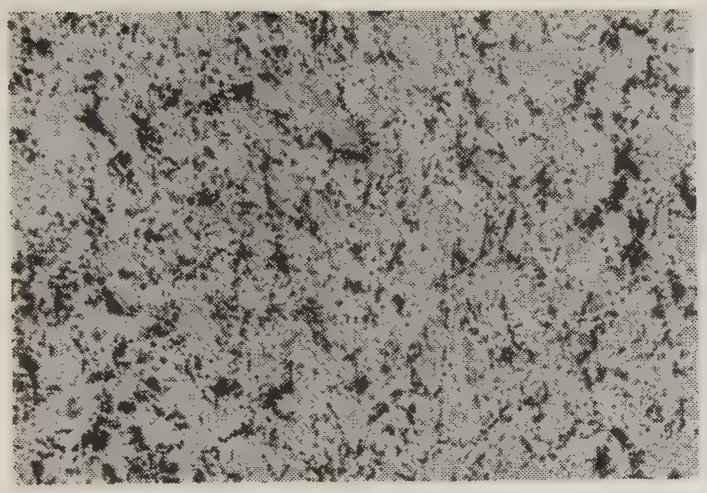


Bild 171
Probe 31
Lumicon-Amalgam
1:1,5
(5:5,15 N/mm^2,
30 sec)
107 HV 0,5
48,2 % Hg

Gefügeentwicklung:
Interferenz-Aufdampfschichtverfahren

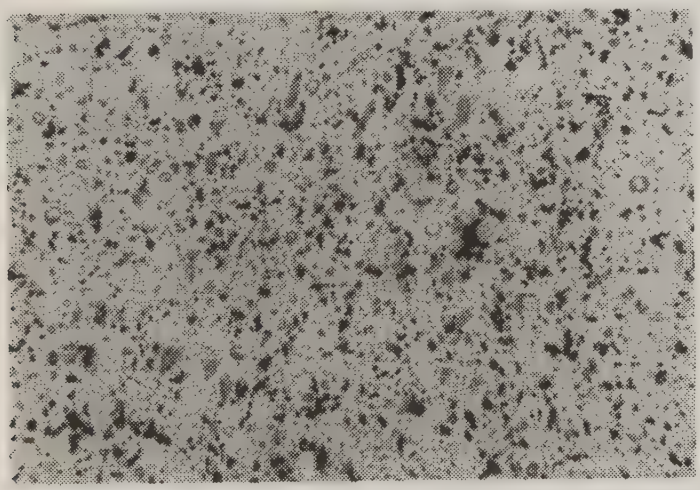


Bild 172
Probe 50
Dispersalloy-Amalgam
1:1
(5:7,2 N/mm^2,
30 sec)
119 HV 1
56,6 % Hg

Gefügeentwicklung:
Interferenz-Aufdampfschichtverfahren

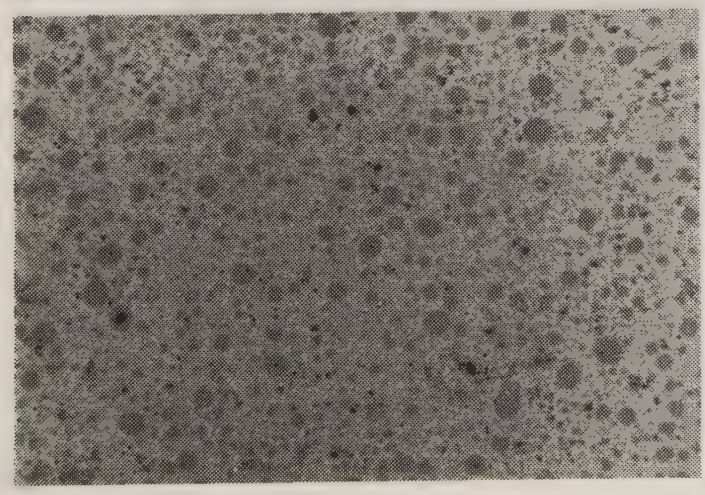


Bild 173
Probe 45
Tytin-Amalgam
1:1
(5:5, 15 N/mm^2,
30 sec)
154 HV 1
44,6 % Hg

Gefügeentwicklung:
Interferenz-Aufdampfschichtverfahren

1=Original -=Farbbilder

Bild 174
Probe 12
Standalloy-Amalgam
230:1
(5:5, 15 N/mm^2,
30 sec)
119 HV 0,5
47,9 % Hg

Gefügeentwicklung:
Interferenz-Aufdampfschichtverfahren

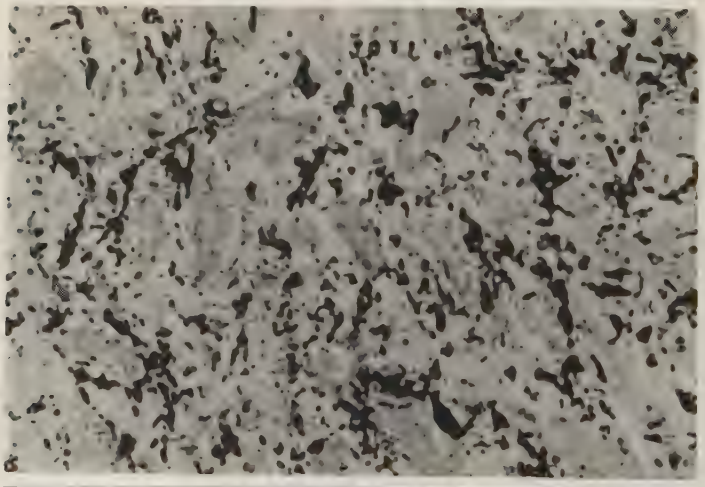


Bild 175
Probe 31
Lumicon-Amalgam
230:1
(5:5, 15 N/mm^2,
30 sec)
107 HV 0,5
48,2 % Hg

Bild 176
Probe 4
Standalloy-Amalgam
230:1
(5:5, 2 N/mm^2,
30 sec)
115 HV 0,5
49,6 % Hg

Im Original ——→ Farbbilder

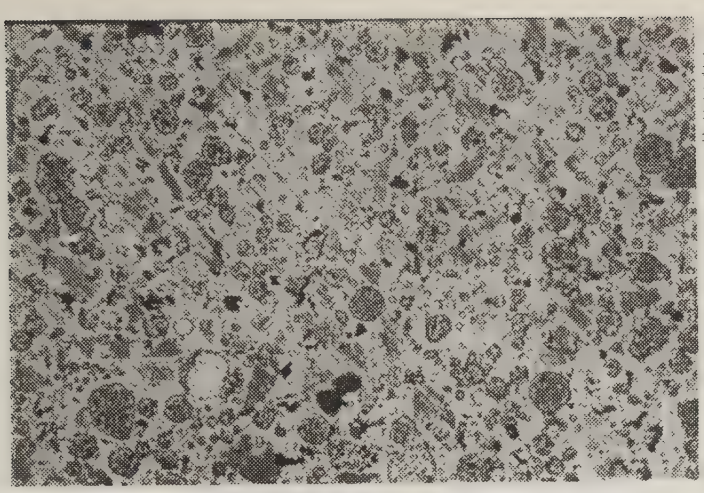


Bild 177
Probe 45
Dispersalloy-Amalgam
250:1
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
137 HV 1
53,3 % Hg

Gefügeentwicklung:
Interferenz-Aufdampfschichtverfahren

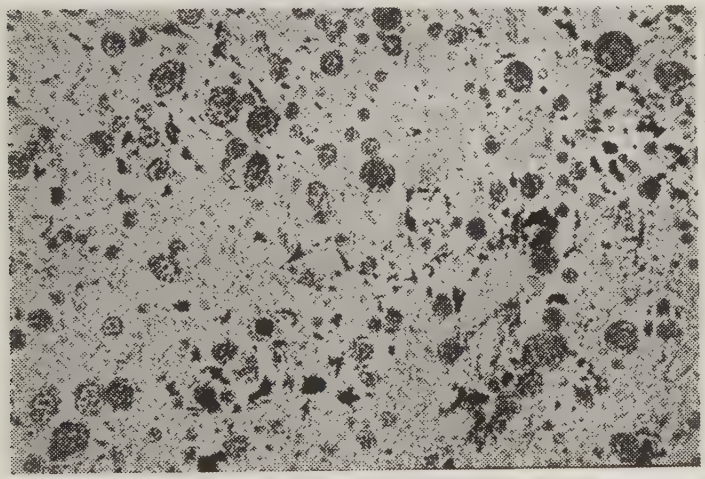


Bild 178
Probe 22
Luxalloy-Amalgam
250:1
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
130 HV 1
49,8 % HG

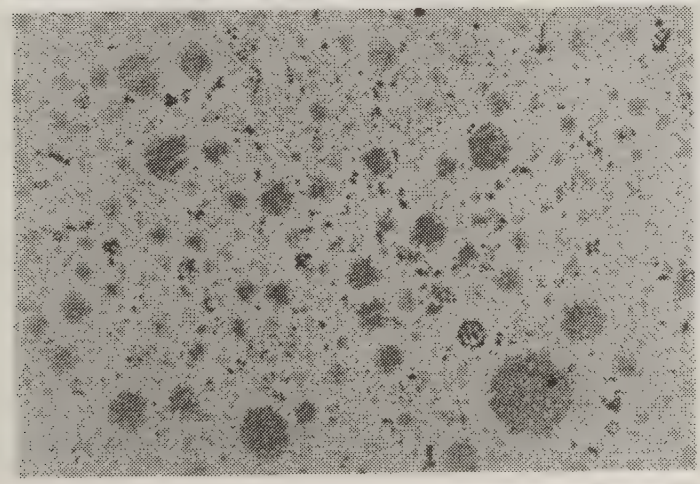


Bild 179
Probe 43
Tytin-Amalgam
250:1
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
154 HV 1
44,6 % Hg

Im Original ——→ Farbbilder

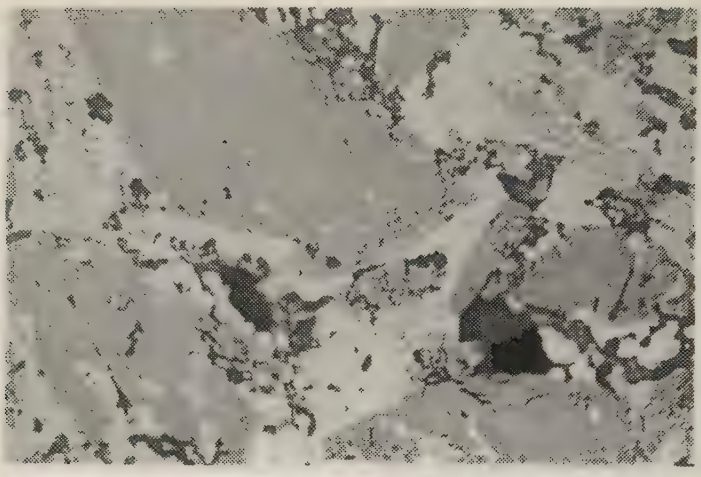


Bild 180
Probe 13, 575:1
Katalloy-Amalgam
5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
108 HV 0,5

40,1 % Hg

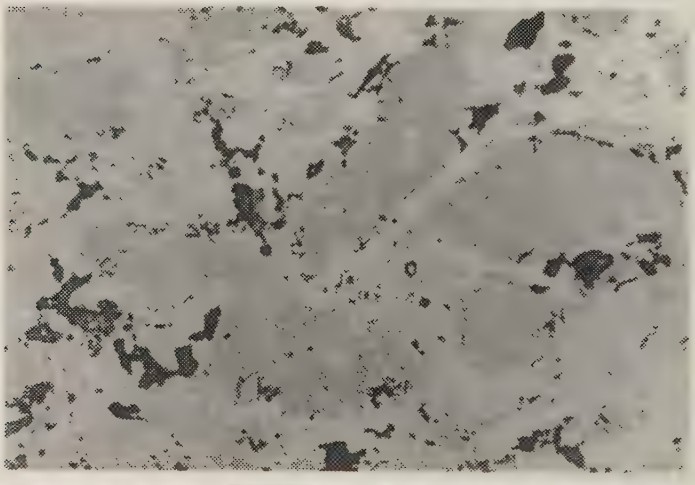


Bild 181
Probe 31, 575:1
Lumicon-Amalgam
5:5,
15 N/mm^2,
30 sec)
107 HV 0,5

48,2 % Hg

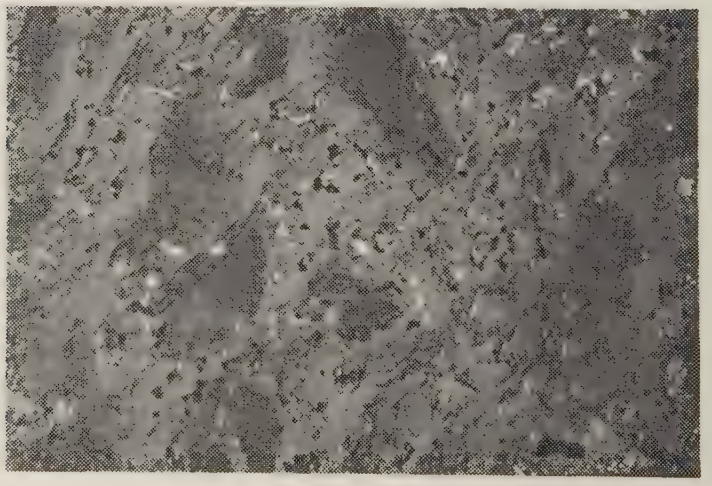


Bild 182
Probe 4, 575:1
Standalloy F-Amalga
5:5,
2 N/mm^2,
30 sec)
115 HV 0,5

49,2 % Hg

Im Original ——— Farbbilder

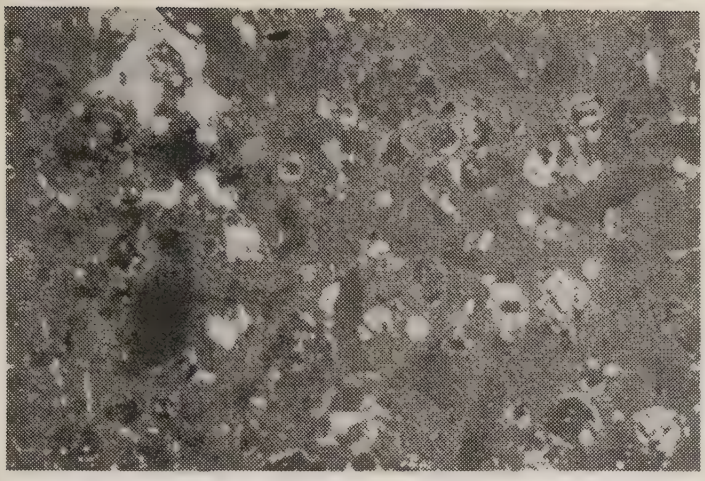


Bild 183
Probe 45,575:1
Dispersalloy-Amalgam
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
137 HV 1

53,3 % Hg

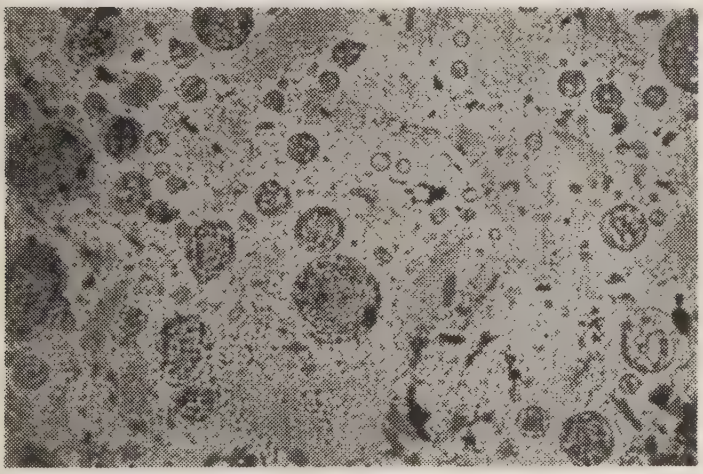


Bild 184
Probe 22,575:1
Luxalloy-Amalgam
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
130 HV 1

49,8 % Hg

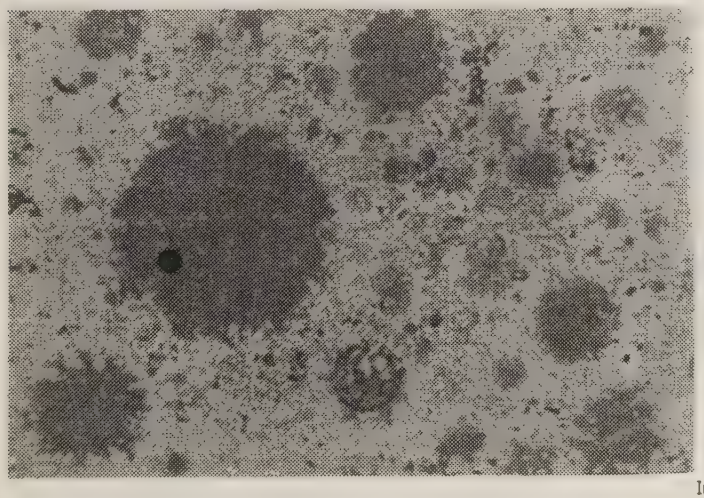
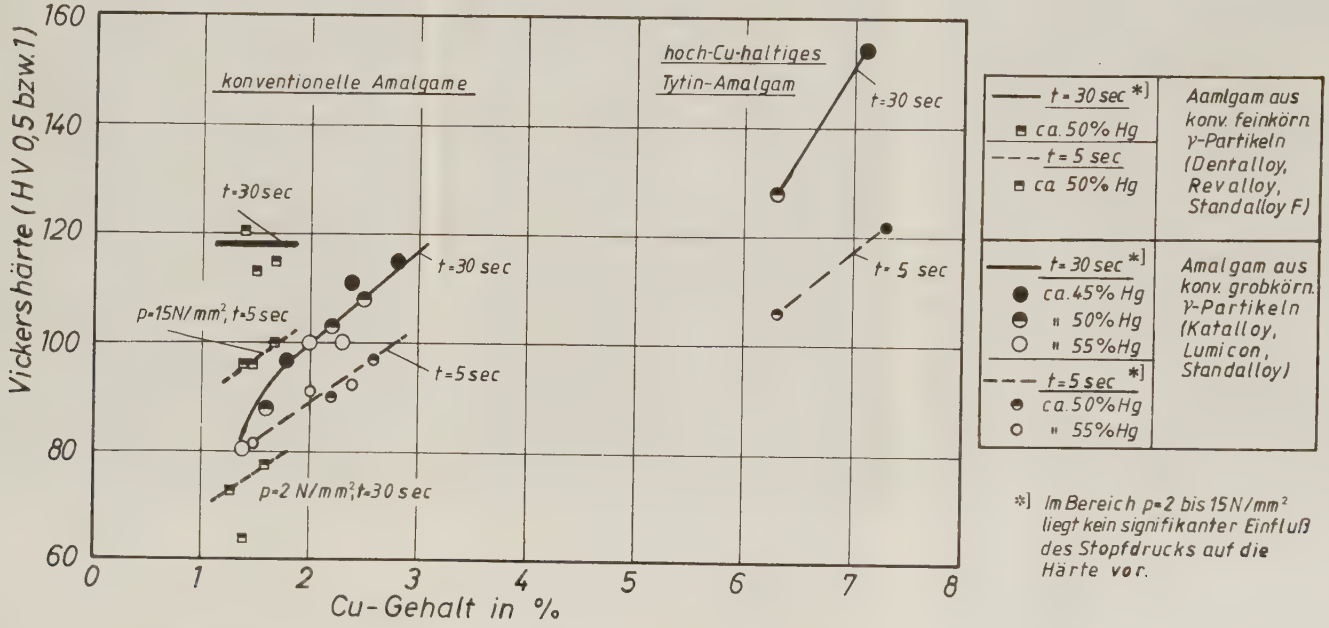


Bild 185
Probe 43, 575:1
Tytin-Amalgam
(5:5, 15 N/mm^2, 30 sec)
154 HV 1

44,6 % Hg

Im Original — Farbbilder



*] Im Bereich p=2 bis 15 N/mm² liegt kein signifikanter Einfluß des Stopfdrucks auf die Härte vor.

Bild 186

Abhängigkeit der Härte konventioneller Amalgame aus grobkörnigen und feinkörnigen γ-Partikeln vom Cu-Gehalt unter Berücksichtigung der Anmischzeit- t -, des Stopfdrucks- p - und des effektiven-Hg-Gehalts im Vergleich zu Untersuchungsergebnissen an einem hoch-Cu-haltigem Amalgam aus ternären Ausgangspartikeln.

Für die vom Max-Planck-Institut für Eisenforschung zur Verfügung gestellten Arbeitsmöglichkeiten möchte ich mich an dieser Stelle bedanken.

Mein besonderer Dank gilt den Mitarbeitern der Abt. Metallkunde und dessen Leiter, Herrn Dr. Hougardy.

Herrn Prof. Dr. Rehberg bin ich für die Anregung zu dieser Arbeit und den hilfreichen Diskussionen zu besonderem Dank verpflichtet.

L E B E N S L A U F

Name:	Koenigsmann, geb. Ganady
Vorname:	Ingrid
geb. am:	18. 7. 1945
in:	Essen-Kray
Familienstand:	verheiratet

Schul- und Berufsausbildung:

Volksschule in Essen-Kray	1952 - 1956
Realschule in Essen-Steele	1956 - 1963
	Abschluß: Mittlere Reife
Deutsche Bundespost	Lehre: April 1963 - März 1965
	Abschluß: Postassistentin

Berufliche Tätigkeit:

Deutsche Bundespost	- 30. 4. 1969
WOBAU Baugesellschaft	Lohnbuchhalterin: 1.5.1969 - 30.6.1970

Studium:

Gesamthochschule Essen Fachbereich Wirtschaft	15. 9. 1970 - 3. 7. 1973 Abschluß: Betriebswirt (grad.)
Universität Düsseldorf	Studium der Zahnmedizin
	Wintersemester 1973/74 - 31. 3. 1974
FU Berlin	Studium der Zahnmedizin
	1. 4. 1974 - 15. 11. 1977
	Wintersemester 1974/75: naturwissenschaftliche Vorprüfung
	Sommersemester 1976: zahnärztliche Vorprüfung
Universität Düsseldorf	Wintersemester 1977/78 - Sommersemester 1980
	Sommersemester 1980: Examen